



Ayrton Alef Castanheira Pereira

**Avaliação do comportamento mecânico de polímeros
em altas deformações mediante uso da técnica
de correlação de imagens digitais**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção ou grau de Mestre em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos.

Orientador: Prof. José Roberto Moraes d'Almeida
Co-orientadora: Profa. Amanda Lemette Teixeira Brandão

Rio de Janeiro
Março 2019



Ayrton Alef Castanheira Pereira

**Avaliação do comportamento mecânico de
polímeros em altas deformações mediante uso da
técnica de correlação de imagens digitais**

Dissertação apresentada como requisito parcial para
obtenção do grau de Mestre pelo programa de Pós-
graduação em Engenharia de Materiais e Processos
Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio. Aprovada pela
Comissão Examinadora abaixo.

Prof. José Roberto Moraes d'Almeida

Orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Profa. Amanda Lemette Teixeira Brandão

Co-orientadora

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Dr. Giancarlo Luis Gómez Gonzáles

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Dr. Marcos Henrique de Pinho Maurício

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Ayrton Alef Castanheira Pereira

Graudou-se em Engenharia Mecânica na Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ) em 2016. Participa de grupo de pesquisa que desenvolve sobre os temas: caracterização mecânica, análise experimental, polímeros e compósitos. Possui algumas publicações na área de engenharia de materiais, tendo participado de alguns congressos relativos aos assuntos citados.

Ficha Catalográfica

Pereira, Ayrton Alef Castanheira

Avaliação do comportamento mecânico de polímeros em altas deformações mediante uso da técnica de correlação de imagens digitais / Ayrton Alef Castanheira Pereira ; orientador: José Roberto Moraes d'Almeida ; co-orientadora: Amanda Lemette Teixeira Brandão. – 2019. 231 f. : il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, 2019. Inclui bibliografia

1. Engenharia Química e de Materiais – Teses. 2. Comportamento mecânico. 3. Termoplásticos. 4. Correlação de imagens digitais. 5. Modelos constitutivos. 6. Estimação de parâmetros. I. D'Almeida, José Roberto Moraes. II. Brandão, Amanda Lemette Teixeira. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Química e de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

Agradecimentos

A minha família, em especial a minha mãe, pela motivação e incessante apoio, ao meu pai, pelo exemplo de superação e força pela vida e ao meu irmão, pelo eterno companheirismo e proteção.

Aos meus amigos do Bully, pelas inúmeras alegrias compartilhadas durante o desenvolvimento dessa pesquisa, das quais nem sabem que foram imprescindíveis para a contínua motivação e término desta tese.

Aos meus amigos e colegas da PUC-Rio, em especial ao Geovane de Almeida Santos da Silva e Leonardo Ottolini, pelas longas discussões acadêmicas e de vida, compartilhadas pelos corredores, salas e laboratórios.

Ao Prof. José Roberto Moraes d'Almeida pela infindável orientação, atenção, paciência, e confiança depositada em mim. Senti-me um felizardo de poder disfrutar de sua vasta sabedoria ao longo das inúmeras discussões construídas ao longo desta tese.

A Profa. Amanda Lemette Teixeira de Brandão por acreditar na ideia de modelagem do comportamento mecânico e por compartilhar de seu tempo, atenção e vasta sabedoria para implementação dos métodos de otimização e análise estatística dos modelos constitutivos.

Ao Prof. José Luiz de França Freire e ao Dr. Giancarlo Luis Gómez Gonzáles pela prestatividade e compartilhamento de conhecimento na área de análise experimental, sobretudo quanto ao uso e desenvolvimento prático da técnica de correlação de imagens digitais (CID).

Ao CNPq e PUC-Rio pelas contribuições financeiras que me foram fundamentais ao longo do mestrado.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Resumo

Pereira, Ayrton Alef Castanheira; d'Almeida, José Roberto Moraes; Brandão, Amanda Lemette Teixeira. **Avaliação do comportamento mecânico de polímeros em altas deformações mediante uso da técnica de correlação de imagens digitais.** Rio de Janeiro, 2019. 231p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O baixo custo, aliado a redução de peso e consequente aumento da eficiência, atingindo os mesmos níveis desejáveis de resistência mecânica, tem seduzido diversos setores da indústria à extensão do uso de polímeros termoplásticos em seus produtos finais. Dentro desses setores, o aumento em volume do emprego de polímeros não só tem crescido em aplicações de uso gerais, como também em aplicações estruturais. Com isso, o conhecimento detalhado do comportamento mecânico desses materiais faz-se necessário a fim de assegurar suas devidas propriedades em trabalho, sendo atrativo o uso de modelos constitutivos para a predição do comportamento final. Entretanto, os polímeros são materiais semicristalinos que possuem mecanismos de deformação e falha complexos. A maioria dos polímeros deformam-se homogeneamente até o escoamento, porém após esse, devido a estricção, o campo de deformações torna-se heterogêneo, fazendo com que o uso de técnicas experimentais clássicas, como a extensometria, seja inadequado. Dentre os métodos mais apropriados para a avaliação de polímeros em altas deformações, pode-se destacar a correlação de imagens digitais (CID). A técnica CID permite a avaliação da variação local da deformação e é capaz de prover uma descrição completa da deformação, inclusive na região do pescoço. Apesar do potencial de uso da CID em polímeros, seu emprego ainda é incipiente devido ao desenvolvimento recente da técnica. Dessa forma, o presente trabalho tem como objetivo a avaliação do comportamento de polímeros termoplásticos sob grandes deformações mediante o uso da técnica CID. Diante do alto custo dos sistemas CID comerciais, desenvolveu-se um arranjo e procedimento simples para a aquisição e análise das imagens digitais. A fim de prever o comportamento mecânico e entender melhor os mecanismos de deformação envolvidos, diversos modelos constitutivos também foram testados.

Palavras-chave

Comportamento mecânico; termoplásticos; correlação de imagens digitais; modelos constitutivos; estimação de parâmetros.

Abstract

Pereira, Ayrton Alef Castanheira; d'Almeida, José Roberto Moraes (Advisor); Brandão, Amanda Lemette Teixeira (Coadvisor). **Evaluation of the mechanical behavior of polymers at large deformation using digital image correlation.** Rio de Janeiro, 2019. 231p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Low cost, coupled with weight reduction and consequent increase in efficiency, reaching the same desirable levels of mechanical strength, has seduced several industry sectors to expand the use of thermoplastic polymers in their final products. Within these sectors, the increase in volume of polymer has not only grown in general use, but also in structural applications. Thus, in order to ensure their proper properties in work, the detailed knowledge of the mechanical behavior of these materials is necessary and the use of constitutive models for the prediction of the final mechanical behavior becomes attractive. However, polymers are semi-crystalline materials that show complex deformation and failure mechanisms. Most of the polymers deform homogeneously until the yield point, but after, due to necking, the strain field becomes heterogeneous, making the use of classic experimental techniques, such as extensometry, inadequate. Among the most appropriate methods for the evaluation of polymers at large deformation, it is possible to highlight the digital image correlation (DIC). DIC technique allows the evaluation of local strain and is able to provide a complete description of the strain field, including the neck region. Despite the potential of DIC in polymers, its use is still incipient due to the recent development of the technique. Thus, the present work has the objective of evaluating the behavior of thermoplastic polymers under large deformation using DIC. Given the high cost of commercial DIC systems, a simple arrangement and procedure for the acquisition and analysis of the digital images was developed. In order to predict the mechanical behavior and to better understand the mechanisms of deformation involved, several constitutive models were also tested.

Keywords

Mechanical behavior; thermoplastics; digital image correlation; constitutive models; parameter estimation.

Sumário

1 Introdução	22
1.1. Motivação	29
1.2. Objetivos	30
1.2.1. Objetivo geral	30
1.2.2. Objetivos específicos.....	30
1.3. Organização da dissertação.....	31
2 Correlação de Imagens Digitais (CID).....	23
2.1. Descrição geral	23
2.2. Fontes de erro na CID	36
2.2.1. Padrão granulado.....	37
2.2.1.1. Tamanho	38
2.2.1.2. Forma	38
2.2.1.3. Nitidez do contorno.....	39
2.2.1.4. Densidade	40
2.2.1.5. Contraste.....	41
2.2.1.6. Aplicação.....	43
2.2.1.7. Critérios para avaliação da qualidade	45
2.2.2. Iluminação	50
2.2.3. Movimento fora do plano	50
2.2.4. Profundidade de campo e campo de visão	54
2.2.5. Exposição.....	55
2.2.6. Ruído e artefatos presentes na imagem.....	57
2.2.7. Distorção	59
2.2.8. Função de forma	63
2.2.9. Critério de correlação	66
2.2.10. Métodos de interpolação	69
2.2.11. Características do subset.....	70
3 Polímeros	73
3.1. Características moleculares	73

3.2. Cristalinidade.....	75
3.2.1. Características gerais.....	75
3.2.2. Morfologia dos polímeros semicristalinos.....	75
3.2.3. Fatores que afetam a cristalinidade	77
3.3. Mecânica dos polímeros.....	79
3.3.1. Visão geral	79
3.3.2. Comportamento tensão-deformação	80
3.3.3. Mecanismos de deformação	82
3.3.3.1. Deformação dos cristais poliméricos	86
3.3.3.2. Deformação da fase amorfa	88
3.3.3.3. Deformação dos polímeros semicristalinos	90
3.4. Desempenho mecânico dos termoplásticos	96
3.4.1. Polietileno (PE).....	97
3.4.1.1. Descrição geral	97
3.4.1.2. Estrutura molecular	98
3.4.1.3. Morfologia.....	100
3.4.1.4. Aplicações	101
3.4.2. Polipropileno (PP)	102
3.4.2.1. Descrição geral	102
3.4.2.2. Estrutura molecular	103
3.4.2.3. Morfologia.....	104
3.4.2.4. Aplicações	104
3.4.3. Policloreto de Vinila (PVC)	105
3.4.3.1. Descrição geral	105
3.4.3.2. Estrutura molecular	106
3.4.3.3. Aplicações	107
3.5. Modelagem do comportamento mecânico.....	108
3.5.1. Visão geral	108
3.5.2. Modelos multiplicativos.....	111
3.5.3. Modelos aditivos.....	111
3.5.4. Modelos diferenciais.....	114
3.5.5. Estimação de parâmetros.....	116
3.5.5.1. Definição da função objetivo	118
3.5.5.2. Minimização da função objetivo	121

3.5.5.3. Interpretação estatística dos resultados	122
3.5.5.4. Estudos anteriores	123
4 Materiais e Métodos Experimentais	127
4.1. Preparação dos corpos de prova	129
4.2. Seleção dos equipamentos	132
4.3. Alinhamento e posicionamento dos diversos componentes	136
4.4. Aplicação do carregamento	141
4.5. Aquisição das imagens.....	146
4.6. Processamento das imagens	149
4.7. Correlação das imagens.....	153
4.8. Modelagem do comportamento mecânico.....	155
5 Resultados e Discussões	157
5.1. Avaliação da qualidade do padrão granulado	157
5.2. Avaliação das incertezas.....	172
5.3. Avaliação do comportamento mecânico.....	184
5.4. Modelagem do comportamento mecânico.....	197
5.4.1. Modelo multiplicativo	197
5.4.2. Modelos aditivos.....	201
5.4.3. Modelos diferenciais.....	207
6 Conclusão	215
7 Sugestões para trabalhos futuros.....	219
8 Referências bibliográficas	221

Lista de Figuras

Figura 2.1. Representação esquemática de um sistema CID 2D. Destacando seus principais componentes: (i) computador, (ii) sistema de aquisição de imagens e (iii) corpo de prova dotado de um padrão aleatório granuloso.	34
Figura 2.2. Representação esquemática dos efeitos de <i>aliasing</i> sobre os pontos que compõem o padrão granuloso (adaptado de Reu (2014b))...	39
Figura 2.3. (a) Binarização da imagem capturada por meio da segmentação, (b) localização de pontos com diâmetro maior do que 10, 8, 6, 4 e 2 pixels, respectivamente, pela aplicação do processo morfológico de abertura e (c) frequência acumulada do raio dos pontos que compõem o padrão granuloso (adaptado de Lecompte et al. (2006)).	47
Figura 2.4. (a) Imagem do padrão granuloso, (b) imagem após a detecção das bordas e (c) imagem binária do padrão granuloso (Crammond et al., 2013).	49
Figura 2.5. Efeito da (a) translação fora do plano e (b) rotação fora do plano no campo de deslocamento medido sobre o plano do sensor para um sistema de aquisição padrão composto por uma câmera (adaptado de Sutton et al.(2008)).	52
Figura 2.6. Representação esquemática do modelo de câmera <i>pinhole</i> considerando a influência das distorções promovidas pelas lentes (adaptado de Pan et al.(2013a)).....	61
Figura 2.7. (a) Distorções radial e tangencial e (b) efeitos da distorção radial sobre a imagem (adaptado de Yoneyama et al.(2006)).	63
Figura 2.8. Parâmetros de deformação usados para representar o deslocamento médio sob o plano de um <i>subset</i> (adaptado de Khoo et al. (2016)).....	64
Figura 2.9. Possíveis transformações de <i>subset</i> que devem ser reproduzidas pela função de forma.	65
Figura 3.1. Representação esquemática da microestrutura de um material polimérico em diferentes escalas. Na menor escala, os átomos estão organizados em unidades monoméricas. Os monômeros, por sua vez,	

encontram-se ligados formando cadeias moleculares, que dão origem a uma rede macromolecular (adaptado de Bergstrom (2015)).	34
Figura 3.2. Ilustrações da complexa hierarquia morfológica dos polímeros semicristalinos: (a) fotomicrografia de transmissão que mostra a estrutura esferulítica do polietileno (PE), (b) representação esquemática da estrutura detalhada de um esferulito, (c) representação esquemática de uma lamela constituída majoritariamente por cadeias dobradas, e (d) representação esquemática dos diferentes tipos de cadeias interlamelares que encontram-se dispostas na fase amorfa, como moléculas de ligação (<i>tie molecules</i> – T), cadeias que se dobram em curto e longo alcance (<i>tight fold</i> – F e <i>loop chains</i> – L), moléculas soltas (<i>unattached molecules</i> – U) e cadeias conectadas a apenas uma das lamelas adjacentes (<i>cilia</i> – C) (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013) e Petraccone et al.(1991)).	77
Figura 3.3. Comportamento tensão-deformação de polímeros frágil (curva A), plástico (curva B) e elastômeros (curva C) (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013)).	81
Figura 3.4. Modelo do “microempescoçamento” proposto por Peterlin para a transformação das (a) lamelas para uma morfologia (b) fibrilar devido ao estiramento de um polímero semicristalino (Bartczak & Galeski, 2010).	85
Figura 3.5. Rotações no eixo das cadeias, vetor c, e na normal à superfície da lamela, vetor n, produzidas pelo (a) deslizamento fino e (b) deslizamento grosseiro das cadeias.	87
Figura 3.6. Modos de deformação da fase amorfa: (a) deslizamento (cisalhamento) interlamelar, (b) separação interlamelar e (c) rotação do conjunto de lamelas.	90
Figura 3.7. Representação esquemática da curva tensão-deformação e comportamento macroscópico mecânico típico apresentado pelos polímeros semicristalinos próximo a T_g	92
Figura 3.8. Representação esquemática dos estágios de deformação de um polímero semicristalino. (a) Estrutura inicial anterior a deformação plástica, presença de duas lamelas adjacentes com cadeias dobradas e material amorfo interlamelar; (b) alongamento das cadeias de ligação amorfas, deformação predominantemente do material amorfo por	

deslizamento e separação interlamelar; (c) resposta simultânea de ambas as fases ao aumento da deformação, desencadeamento do deslizamento cristalográfico nas lamelas cristalinas, (d) desenvolvimento de uma orientação global preferencial fruto de uma ação cooperativa do deslizamento cristalográfico nos cristais e do deslizamento interlamelar nas camadas amorfas; (e) extensão da rede molecular e ruptura de cristalitos; e (f) fragmentação em massa das lamelas em blocos menores, estrutura predominantemente microfibrilar (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013)).	94
Figura 3.9. Estrutura química do polietileno puro (PE).	97
Figura 3.10. Estrutura química do polipropileno.	102
Figura 3.11. Formulação química do policloreto de vinila (PVC).	105
Figura 3.12. Representação esquemática da tensão interna, $\sigma_i(\varepsilon)$, dependente da deformação e da tensão efetiva, $\sigma^*(\dot{\varepsilon})$, que segue as variações impostas pela taxa de deformação (adaptado de G'Sell & Jonas(1981)).	113
Figura 3.13. Evolução da tensão efetiva em relação a deformação para um polímero que apresenta comportamento (a) elasto-plástico e (b) viscoelasto-plástico (adaptado de G'Sell & Jonas (1981)).	116
Figura 4.1. Fluxograma da metodologia experimental adotada no presente estudo. Os retângulos maiores de bordas tracejadas representam cada etapa seguida e os retângulos menores de bordas contínuas indicam as principais ações , parâmetros e subresultados envolvidos em cada etapa.	128
Figura 4.2. Corpo de prova do tipo gravatinha com as especificações das dimensões de acordo com a norma ASTM D638.	129
Figura 4.3. Padrão granulado alcançado na superfície de diferentes corpos de prova de (a) PEAD, (b) PP e (c) PVC, após pintura em spray.	131
Figura 4.4. (a) Câmera DSLR semiprofissional <i>Nikkon</i> D3400 e (b) lente com distância focal variável AF-S DX <i>Nikkor</i> 18-105 mm f/3,5-5,6G ED VR.	134
Figura 4.5. (a) Ilustração do suporte de fixação desenvolvido para o sistema de aquisição de imagem (câmera e lente) formado basicamente por uma base retangular de 20 cm de largura e 30 cm de comprimento, e uma coluna	

seção quadrada com 60 cm de altura e área de seção transversal de aproximadamente 4 cm ² . (b) Presilha usada para ajustar o sistema de aquisição ao suporte de fixação.	136
Figura 4.6. (a) Nível bolha empregado, (b) sua fixação no encaixe superior da câmera e (c) sua configuração quando o correto posicionamento é alcançado.	137
Figura 4.7. Arranjo experimental usado para garantir a perpendicularidade entre câmera e superfície do corpo de prova (adaptado de Gao et al. (2016)).	139
Figura 4.8. Arranjo experimental	140
Figura 4.9. Desenho esquemático da (a) vista superior e (b) lateral do arranjo experimental após o correto alinhamento e posicionamento de todos os componentes.	141
Figura 4.10. Ilustração esquemática das diferentes etapas de processamento empregadas no presente trabalho. (a) Imagem “crua” obtida diretamente da câmera, (b) imagem convertida para o formato TIFF(sem compressão), (c) imagem recortada, enfatizando a região de interesse, e (d) imagem transformada para preto e branco com 8 bits por pixel.	151
Figura 4.11. Ilustração de uma malha resultante (a) “problemática”, é fácil verificar os vazios e falhas nos contornos, e (b) ideal, os elementos estão todos inteiramente conectados e sua forma reflete a geometria do corpo de prova.	154
Figura 4.12. Ilustração da malha criada sobre a seção útil e do extensômetro longitudinal simulado.	155
Figura 5.1. Padrão granulado obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PVC ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação automática por meio do método de <i>Otsu</i> e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (<i>watershed</i>).	158
Figura 5.2. Padrão granulado obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PP ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação	

automática por meio do método de <i>Otsu</i> e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (<i>watershed</i>).	159
Figura 5.3. Padrão granulado obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PEAD ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação automática por meio do método de <i>Otsu</i> e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (<i>watershed</i>).	160
Figura 5.4. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PVC: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo <i>Feret</i> , (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.	162
Figura 5.5. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PP: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo <i>Feret</i> , (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.	163
Figura 5.6. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PEAD: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo <i>Feret</i> , (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.	164
Figura 5.7. Valores globais obtidos para os diferentes atributos extraídos do padrão granulado para os diferentes tipos de materiais ensaiados. (a) Percentagem da área ocupada pelo padrão, (b) área, (c) tamanho, (d) ângulo <i>Feret</i> , (e) <i>circularity</i> , (f) <i>roundness</i> e (g) razão de aspecto.	169
Figura 5.8. Histogramas da intensidade dos níveis e cinza referentes aos padrões granulados típicos encontrados para os corpos de prova de (a) PVC, (b) PP e (c) PEAD.	171
Figura 5.9. Campo de deformação (a) transversal (ϵ_x) e (b) longitudinal (ϵ_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de deformação longitudinal (ϵ_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PVC.	174
Figura 5.10. Campo de deformação (a) transversal (ϵ_x) e (b) longitudinal (ϵ_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de	

deformação longitudinal (ε_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PP.	174
Figura 5.11. Campo de deformação (a) transversal (ε_x) e (b) longitudinal (ε_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de deformação longitudinal (ε_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PEAD.	175
Figura 5.12. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PVC. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de <i>subset</i> e passo ((c) e (f)).	177
Figura 5.13. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PP. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de <i>subset</i> e passo ((c) e (f)).	178
Figura 5.14. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PEAD. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de <i>subset</i> e passo ((c) e (f)).	179
Figura 5.15. Média e desvio padrão do erro encontrado no teste de translação de corpo rígido para diferentes combinações de tamanho de <i>subset</i> e passo em corpos de prova típicos de PVC ((a) e (d)), PP ((b) e (e)) e PEAD ((c) e (f)).	181
Figura 5.16. Evolução do erro absoluto e relativo encontrado nos teste de translação de corpo rígido para diferentes combinações de tamanho de <i>subset</i> e passo em corpos de prova típicos de PVC ((a) e (d)), PP ((b) e (e)) e PEAD ((c) e (f)).	182
Figura 5.17. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PVC e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.	185
Figura 5.18. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PP e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.	186

Figura 5.19. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PEAD e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.	187
Figura 5.20. (a) Curvas típicas de tensão-deformação verdadeira obtidas para o PVC, PP e PEAD. As curvas de cor escura correspondem a medições realizadas por meio da 2D CID, enquanto que as curvas de cor clara são resultantes da deformação medida pelo extensômetro simulado. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.	190
Figura 5.21. (a) Curva tensão-deformação verdadeira obtida para os corpos de prova de PVC que não encruaram. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.	192
Figura 5.22. Comportamento macroscópico apresentado pelos corpos de prova de PVC que não encruaram e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.	193
Figura 5.23. (a) Curva tensão-deformação verdadeira obtida para os corpos de prova de PEAD que apresentaram duplo pescoço. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.	195
Figura 5.24. Comportamento macroscópico apresentado por corpos de prova de PEAD que formaram duplo pescoço e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.	196
Figura 5.25. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	197
Figura 5.26. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	198
Figura 5.27. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	199

Figura 5.28. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	201
Figura 5.29. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	202
Figura 5.30. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	203
Figura 5.31. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	204
Figura 5.32. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	205
Figura 5.33. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	206
Figura 5.34. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	208
Figura 5.35. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	209
Figura 5.36. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	210
Figura 5.37. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	211
Figura 5.38. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	212

Figura 5.39. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.	213
Figura 5.40. Análise de sensibilidade dos diversos parâmetros que compõem o modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee sobre a resposta mecânica.....	214
Figura 5.41. Análise de sensibilidade dos diversos parâmetros que compõem o modelo diferencial de G'Sell-Jonas sobre a resposta mecânica.	214

Lista de Tabelas

Tabela 2.1. Critérios de correlação cruzada (Pan, 2011; Pan et al., 2009).	67
Tabela 2.2. Critérios de correlação baseado na soma das diferenças absolutas (Pan, 2011; Pan et al., 2009).	68
Tabela 2.3. Critérios de correlação baseado na soma das diferenças quadráticas (Pan, 2011; Pan et al., 2009).	68
Tabela 2.4. Critérios de correlação baseados na soma paramétrica das diferenças quadradas (Pan, 2011).	69
Tabela 3.1. Principais propriedades encontradas para o PEAD (Wypych, 2012).	99
Tabela 3.2. Principais propriedades encontradas para o PP (Wypych, 2012).	103
Tabela 3. 3. Principais propriedades encontradas para o PVC (Wypych, 2012).	106
Tabela 3.4. Parâmetros reológicos para o modelo multiplicativo de G'Sell (eq. (3.1)) para diferentes tipos de polímeros e carregamentos) (Duffo et al., 1995; G'Sell, 1988; G'Sell et al., 1992; G'sell et al., 1983; G'Sell & Jonas, 1981; Haudin et al., 1995; Lemaitre, 2001; Marquez-Lucero et al., 1989b).	124
Tabela 3.5. Modelo aditivo θ (eq. (3.2)) aplicado para descrever o comportamento mecânico do PC a 20°C em tração uniaxial (Bisilliat & Billion, 1998).....	125
Tabela 3.6. Modelo diferencial de G'Sell-Jonas (eq. (3.7)) aplicado para descrever o comportamento mecânico do PC a 20°C em tração uniaxial (G'Sell & Jonas, 1981; Lemaitre, 2001).....	125
Tabela 3.7. Parâmetros obtidos por meio da implementação do modelo aditivo de G'Sell-Jonas (eq. (3.5)) para diferentes tipos de polímeros sob tração uniaxial a 22°C e taxa de deformação fixa de 10^{-3}s^{-1} (G'Sell & Jonas, 1981).....	125

Tabela 4.1. Dimensões dos corpos de prova produzidos baseados na norma ASTM D638.....	130
Tabela 4.2. Especificações técnicas da câmera <i>Nikkon D3400</i>	133
Tabela 4.3. Especificações técnicas da objetiva AF-S DX <i>Nikkor 18-105 mm f/3,5-5,6G ED VR</i>	134
Tabela 5.1. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PVC.....	166
Tabela 5.2. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PP.	167
Tabela 5.3. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PEAD.....	168
Tabela 5.4. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PVC.....	172
Tabela 5.5. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PP.	172
Tabela 5.6. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PEAD.....	172
Tabela 5.7. Média e desvio padrão do erro resultante da correlação imagens estacionárias e de translação de corpo rígido nos diferentes tipos de materiais para uma configuração de tamanho de <i>subset</i> e de passo de 24-12.	183
Tabela 5.8. Parâmetros e ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.....	200
Tabela 5. 9. Parâmetros e ajuste do modelo aditivo de G'Sell Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.....	203
Tabela 5.10. Parâmetros e ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.....	207
Tabela 5.11. Parâmetros e ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.....	210
Tabela 5.12. Parâmetros e ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.....	213

*É de fato verdade que o conhecimento é mais
cego do que a própria inocência*
Bram Stoker

*Apenas continue nadando
Dory, Procurando Nemo*

1 Introdução

A mecânica experimental pode ser definida como um tópico interdisciplinar que engloba preceitos da mecânica dos materiais, física e matemática. Seus principais objetivos são de ampliar o conhecimento de fenômenos físicos, aprofundar o entendimento do comportamento de materiais, estruturas e sistemas e prover a base física e verificação necessárias para análises e cálculos de abordagens que contribuam para o desenvolvimento de soluções de engenharia. Dentre as diversas áreas de estudo da mecânica experimental pode-se destacar a análise experimental de tensões, que possui como finalidade a determinação da resistência mecânica dos elementos, estruturas e máquinas que compõe um sistema. Na investigação de problemas de resistência mecânica, muitos fatores tornam a abordagem experimental indispensável, sendo inúmeras vezes o único meio de acesso a informação (Dudescu, 2015; Sciammarella & Sciammarella, 2012).

Diversos métodos de mecânica experimental têm sido empregados desde a concepção da mecânica dos materiais. Alguns métodos foram suplantados por métodos novos mais úteis e expressivos, porém todos permanecem sempre válidos. Dentre as técnicas experimentais, os métodos ópticos ocupam um lugar de destaque (Bornert et al., 2009). O progresso dos computadores e da tecnologia digital mudou a vida cotidiana e assim também teve um impacto incrível na evolução dos métodos ópticos na mecânica experimental (Wattrisse et al., 2000). Seu vasto uso e acelerado desenvolvimento se deve a evolução tecnológica crescente da performance dos computadores, sobretudo na área de visão computacional (Dudescu, 2015; Sutton et al., 1983). Os métodos ópticos possuem como principais vantagens o fornecimento de campos globais de deformação ao contrário de medições pontuais obtidas por técnicas clássicas de medição, como a extensometria, e a possibilidade de medição sem contato, evitando assim concentrações locais de tensão e flexão do material a ser medido pela adesão e peso dos instrumentos de medida sobre sua superfície (Chu et al., 1985).

Dentre os principais métodos ópticos de medição pode-se destacar a fotoelasticidade, as técnicas de moiré, a holografia e a correlação de imagens digitais (CID) (Bornert et al., 2009). Apesar do desenvolvimento do método CID ser relativamente recente, as vantagens oferecidas o tornam competitivo com outras técnicas ópticas de desenvolvimento mais antigas, que sofrem de limitações intrínsecas (Pan et al., 2009; Wittevrongel et al., 2015).

Embora a fotoelasticidade seja capaz de fornecer todo o estado de tensão presente em uma amostra, o seu uso é limitado a materiais transparentes e birrefringentes (Khoo et al., 2016; Lagattu et al., 2004). As técnicas de moiré necessitam da impressão de grades sobre a superfície da amostra a ser ensaiada. Ainda que possam ser usadas em diferentes arranjos experimentais, o que em um primeiro momento flexibilizaria seu uso, a baixa resolução espacial e as dificuldades experimentais associadas a obtenção de um espaçamento adequado de grade, tornam essa técnica dispendiosa e pouco difundida atualmente (Clocksin et al., 2002; Khoo et al., 2016; Lagattu et al., 2004). A holografia é um método avançado de medição de deformação óptica que fornece resultados de medição do campo de deformação total com alto grau de precisão. Esse método não requer preparação da superfície e é adequado para todos os tipos de materiais. Contudo, sua aplicação requer um ambiente controlado, pois a presença de pequenas vibrações pode ocasionar falta de nitidez do holograma registrado, comprometendo assim as medições, o que limita o seu uso ao laboratório (Khoo et al., 2016; Lagattu et al., 2004).

A CID é caracterizada por ser uma técnica óptica simples e confiável para medição de campos globais. O método de correlação de imagens digitais (CID) foi concebido no início dos anos 80, tendo grande impacto no campo da mecânica dos sólidos que se estende até o presente momento, sobretudo pelo seu intenso desenvolvimento (Gao et al., 2016; Park et al., 2017; Peters & Ranson, 1982; Sutton et al., 1983). Em princípio, a CID é uma técnica óptica baseada no processamento de imagem e na computação numérica (Pan et al., 2009). A ideia básica do método consiste em medir os campos de deslocamento de superfícies de corpos de prova e estruturas sob tensão, de imagens adquiridas em diferentes estágios de carregamento (Wittevrongel et al., 2015). Dependendo do que se pretende medir e da forma do objeto a ser medido, a CID evoluiu em três diferentes segmentos: (i) CID 2D, também conhecida como CID bidimensional, empregada na medição de

campos globais sobre o plano, (ii) CID 3D, mais robusto que a CID 2D, que se utiliza de uma configuração que conta com o auxílio de duas câmeras permitindo a realização de medições de campos globais em superfícies não planas e (iii) V-CID, que possibilita medições de volume (Sutton et al., 2012).

Apesar da CID 2D ser limitada a medições no plano, essa é uma das técnicas ópticas de medição mais populares atualmente (Pan et al., 2009). Seu vasto uso e desenvolvimento rápido nas últimas décadas são atrelados principalmente à evolução dos dispositivos de aquisição e progresso no processamento de imagens. Todavia não se pode desconsiderar a contribuição de algumas vantagens intrínsecas da CID 2D que a tornaram imensamente atrativa na medição de campos globais (Grédiac et al., 2012; Sutton et al., 2012). Dentre essas pode-se destacar: (i) seu arranjo experimental simples, que dentre os segmentos da CID, requer apenas o uso de uma câmera digital para a aquisição das imagens; (ii) poucos requisitos em relação ao ambiente experimental, pois em comparação a outras técnicas ópticas a CID 2D não requer nenhuma fonte específica de luz, material e ambiente para a determinação do campo de deslocamento, podendo ser empregada tanto em laboratório quanto em campo; e (iii) capacidade de realização de medições dentro de amplo intervalo de resoluções com diferentes sensibilidades, pois como o processamento da CID 2D se dá diretamente sobre as imagens digitais, independente da magnificação e do tempo de exposição empregados, essa pode ser aplicada a imagens obtidas por inúmeros sistemas de aquisição, com resolução espacial totalmente distinta, e a extensa sequência de imagens (Khoo et al., 2016; Pan et al., 2009; Wittevrongel et al., 2015).

Durante as últimas décadas, a metodologia CID tem sido imensamente investigada e significativamente melhorada, tendo sua complexidade computacional reduzida e sua precisão aumentada, provocando assim uma expansão em seu universo de aplicações (Grédiac et al., 2012; Pan et al., 2009; Wittevrongel et al., 2015; Zhan et al., 2016). A CID pode ser empregada para medições de campos globais da escala microscópica até a macroscópica, de geometrias simples a complexas, em condições laboratoriais controladas até condições de campo severas, e desde metais comuns até compósitos especiais (Grédiac et al., 2012; Jerabek et al., 2010; Pan et al., 2013a; Park et al., 2017; Rajan et al., 2012). A CID tem sido usada (i) na verificação das condições de contorno antes da realização de testes mecânicos propriamente ditos, provendo o controle

dessas condições e permitindo assim suas mudanças de maneira que se aproximem das desejadas; (ii) na realização de testes em componentes ou estruturas que exibem um comportamento heterogêneo, em que medições pontuais são insuficientes para retratar o comportamento do material, como no estudo de deformações localizadas, dano localizado e iniciação e propagação de trincas; (iii) na investigação de materiais ou situações onde a experimentação só pode ser realizada por técnicas sem contato; e (iv) na identificação de propriedades de materiais ou validação de modelos constitutivos, sendo usada muitas vezes junto a simulações numéricas (Hild & Roux, 2006).

A identificação apropriada das propriedades mecânicas dos diferentes tipos de materiais requer técnicas apropriadas de medição de deformação. A necessidade de medição do campo global é especialmente verdadeira em situações onde as condições de carregamento criam um campo complexo de deformação heterogênea na amostra. Com isso, a CID tem se apresentado como a técnica de medição mais adequada para o estudo do comportamento de materiais poliméricos submetidos a grandes deformações.

Em consequência das suas características intrínsecas, os polímeros vêm encontrando cada vez mais uso em aplicações de engenharia, sobretudo os termoplásticos (Dudescu, 2015). Aliada à sua baixa densidade, o que propicia uma considerável redução de peso nas estruturas, representando ganho de eficiência final em muitas das aplicações, os polímeros também apresentam fácil processabilidade e boas propriedades mecânicas. Apesar da maioria dos polímeros ainda encontrarem maior uso em aplicações de uso geral, seu emprego tem se difundido em diferentes setores de engenharia como automotivo, aeronáutico e aeroespacial, inclusive sendo empregados na fabricação de estruturas industriais, como vasos de pressão e tubulações (Fang et al., 2009). Com isso, o conhecimento detalhado do comportamento mecânico desses materiais se faz necessário a fim de melhorar o uso das suas capacidades, por exemplo, em um design mais robusto e resistente (Grytten et al., 2009).

A compreensão do comportamento dos materiais poliméricos desde pequenas deformações até a falha é de crucial importância para o desenvolvimento de modelos adequados para a modelagem numérica e para um maior conhecimento dos mecanismos de deformação (Fang et al., 2009; Jerabek et al., 2010). Dados confiáveis de caracterização mecânica em função da deformação são necessários

para validar modelos micromecânicos e fenomenológicos, que são usados na modelagem e análise de estruturas (Kidd et al., 2012). Entretanto, pesquisas sobre o comportamento diante de grandes deformações e a falha de polímeros ainda são escassas. Isso se deve ao fato dos polímeros possuírem mecanismos de deformação e falha muito mais complexos, que por exemplo, os metais (Fang et al., 2009).

A estrutura macromolecular dos polímeros os leva a apresentar comportamentos específicos. Como os polímeros possuem mecanismos mais complicados de deformação e falha, os resultados experimentais precisam ser especialmente confiáveis, dependendo assim da medição precisa da deformação, sobretudo na região de grande deformação (Kidd et al., 2012). Embora até o escoamento a maioria dos polímeros deformem-se homogeneamente, para o caso de um ensaio de tração em um corpo de prova normalizado, após o escoamento, devido a estricção, o campo de deformação se torna heterogêneo, tornando o uso de técnicas experimentais clássicas, como a extensometria, inadequado (Dudescu, 2015; Grytten et al., 2009). Assim, métodos de medição alternativos são necessários para a avaliação da grande deformação sofrida pelos polímeros (Fang et al., 2009).

Dentre esses métodos, a CID tem se mostrado cada vez mais apropriada. A técnica CID permite a avaliação da variação local da deformação e é capaz de prover uma descrição completa da distribuição das deformações longitudinais e transversais, inclusive na região do pescoço, onde existem deformações elevadas e, ainda, das deformações e tensões verdadeiras (Jerabek et al., 2010). Com isso se torna possível investigar os efeitos de diversos fatores sobre o desempenho mecânico dos polímeros, como deformação, taxa de deformação local e temperatura, permitindo assim um melhor entendimento dos mecanismos de deformação envolvidos e desenvolvimento de modelos constitutivos mais verossímeis com a realidade (Fang et al., 2009).

De fato, a CID já provou ser uma ferramenta útil na investigação do desempenho mecânico de polímeros, fornecendo uma maior compreensão do comportamento não uniforme da deformação durante e após escoamento (Dudescu et al., 2014; Grytten et al., 2009; Jerabek et al., 2010; Lagattu et al., 2004; Yurindatama & Barsoum, 2017).

Lagattu et al. (2004) demonstraram a capacidade da técnica CID em reproduzir os altos gradientes de deformação associados a formação do pescoço e sua propagação durante a estricção no policarbonato (PC). Para a aquisição das

imagens uma câmera CCD e lente comerciais com resolução de 6 megapixels e distância focal de 21 mm, respectivamente, foram empregadas, sendo a subsequente correlação e análise das imagens feitas no *software GRANU*, desenvolvido pelo próprio grupo de pesquisa. A região de interesse selecionada foi diminuta, retratando a deformação no centro dos corpos de prova, e o campo de deformação resultante foi calculado para um conjunto de apenas duas imagens consecutivas, capturadas durante a etapa de propagação do pescoço. Apesar do êxito na medição do alto gradiente de deformação, não se descreve toda a resposta mecânica do polímero sob tração, gerando dúvidas sobre a capacidade do sistema CID desenvolvido na reprodução de todo o comportamento mecânico.

Visando descrever toda a resposta mecânica intrínseca retratada pelos polímeros sob tração, Grytten et al. (2009) desenvolveram um estudo de forma a estabelecer uma metodologia para a determinação do comportamento em altas deformações de polímeros termoplásticos dúcteis. O estudo se concentrou na descrição do comportamento do polipropileno (PP), sendo os ensaios de tração conduzidos a temperatura ambiente e a diferentes taxas de deformação. Ao contrário de Lagattu et al., um sistema CID 3D comercial foi empregado (*VIC 3D* oferecido pela *Correlated Solutions*) para a medição do campo de deformação. O sistema era composto de duas câmeras de alta resolução com lentes de 75 mm de distância focal para a aquisição das imagens e um *software* comercial de mesmo nome, *VIC 3D*, para a correlação das imagens. A metodologia demonstrou ser capaz de levantar o comportamento macroscópico do PP, assim como sua resposta mecânica (curva tensão-deformação verdadeira) para diferentes taxas de deformação.

Indo além de Grytten et al. (2009), Jerabek et al. (2010) não só buscou a validação de sua metodologia CID na determinação do comportamento e resposta mecânica do PP, como também se preocupou com a análise dos diversos parâmetros envolvidos na técnica CID, como a intensidade da luz, o tempo de captura da câmera, e instabilidades relacionadas ao sistema de aquisição e máquina de ensaio. Extensômetros do tipo *clip-on* foram usados para a avaliação da precisão da CID. Um sistema CID 3D sofisticado foi empregado. Para a aquisição das imagens, duas câmeras especiais de alta velocidade de captura e lentes de 105 mm de distância focal foram utilizadas. Para a correlação das imagens e obtenção do campo de deformação, o *software* comercial *ARAMIS 3D* oferecido pela *GOM* foi usado.

Apesar do sistema desenvolvido ter conseguido descrever a resposta mecânica do PP antes e após o escoamento, os ensaios não foram conduzidos até a ruptura, sendo apresentadas curvas de tensão-deformação para deformações de até 60%, muito longe da capacidade total de deformação do material. Embora o estudo tenha avaliado os efeitos de diversos fatores sobre a precisão dos resultados da CID, alguns fatores tiveram seus níveis definidos de maneira subjetiva e vaga, como, por exemplo o padrão granulado, tendo seus efeitos avaliados perante a sua “estrutura” definida como fina, padrão ou grosseira.

Assim como Jerabek et al. (2010), Dudescu et al. (2014) também estudou a resposta mecânica de termoplásticos usando a metodologia CID 3D. Ao invés do PP, o estudo de Dudescu et. al foi conduzido com policloreto de vinila (PVC), sendo seu comportamento testado para diferentes taxas de deformação sob tração uniaxial. Par a aquisição e correlação das imagens, a solução comercial Q-400, oferecida pela *Limess*, foi usada. O estudo demonstrou a confiabilidade no uso do sistema CID 3D para a caracterização completa do comportamento mecânico do PVC, realçando a capacidade da técnica CID na medição da deformação localizada em contrapartida ao extensômetro. Toda a curva tensão-deformação verdadeira pode ser levantada, sendo testado, inclusive, o potencial de um modelo constitutivo multiplicativo puramente fenomenológico na descrição de todo o comportamento mecânico do PVC.

Da necessidade do desenvolvimento de modelos constitutivos para a descrição da resposta mecânica de polímeros termoplásticos, Yurindatama & Barsoum (2017) desenvolveram um estudo para a determinação de um modelo constitutivo e critério de falha para tubulações de PP. Para o desenvolvimento do modelo, ensaios de tração foram realizados em corpos de prova do tipo *dog-bone*, sendo o comportamento elasto-viscoplástico predito validado por subsequente ensaios de flexão por meio da comparação dos esforços pelo método de elementos finitos. A deformação foi medida por meio de uma solução comercial de vídeo-extensometria, oferecida pela *Tinius & Olsen*, baseada na técnica CID. O comportamento macroscópico e resposta mecânica, desde baixas deformações até a ruptura, para o PP foram descritos de forma bem sucedida, sendo o modelo constitutivo levantado. Entretanto, devido as limitações da videoextensometria, como na medição da deformação por meio do deslocamento de apenas um par de pontos, a região de interesse avaliada foi pequena e a representação e descrição de

fenômenos frequentemente encontrados na deformação de polímeros, como escoamento e estiramento constante, foram comprometidas.

1.1. Motivação

Embora a CID tenha experimentado constante evolução, principalmente no sistema de aquisição de imagens devido ao advento de câmeras de maior resolução e menor custo, ainda é um método de medição óptica pouco acessível devido ao alto preço dos *softwares* comerciais de processamento e correlação de imagens digitais. Apesar de existirem diferentes *softwares* livres que oferecem módulos de processamento e correlação, o desenvolvimento de soluções para a medição de materiais que apresentam alta ductilidade em altas deformações é ainda incipiente, entregando uma robustez, com o uso de sua interface, até o presente momento, insuficiente para uma avaliação confiável de todo o comportamento mecânico (Blaber et al., 2015; Harilal & Ramji, 2014; Lagattu et al., 2004; Turner, 2015). Com isso tem-se uma lacuna para o desenvolvimento de sistemas CID com melhor custo-benefício, ou seja, mais baratos e que sejam capazes de fornecer medições com a precisão e a acurácia desejadas, principalmente para a avaliação de polímeros em altas deformações.

Qualquer novo usuário de técnicas de medição de campo total é frequentemente surpreendido pela riqueza de dados fornecidos por esses sistemas em comparação com os meios de medição clássicos, como transdutores de deslocamento ou extensômetros, que fornecem apenas uma quantidade limitada de dados para comparação. Isso levanta a questão da importância do conhecimento do processo de medição, de maneira a usar os dados de forma inteligente e racional. Embora o arranjo experimental seja simples e os requisitos para a sua implementação sejam mínimos, a CID exige uma quantidade não negligenciável de complexidade (Jones & Iadicola, 2018; Sutton et al., 2012, 2009). Há um número grande de passos necessários para a determinação do campo de deformação e vários fatores podem influenciar de maneira significativa sobre este. A técnica CID ainda impõe ao usuário a determinação manual de inúmeros parâmetros, sobretudo nas etapas de processamento e análise das imagens. Assim, o desenvolvimento de estudos que discrimina os efeitos dos parâmetros envolvidos se faz necessário.

Embora a CID já tenha provado ser adequada para o estudo do desempenho mecânico dos polímeros, sobretudo sendo capaz de prover detalhes do comportamento não uniforme da deformação durante e após o escoamento, o conhecimento dos mecanismos envolvidos na resposta mecânica dos polímeros, sobretudo quando submetidos a altas deformações, é ainda alvo de intensas discussões (Bergstrom, 2015; Lemaitre, 2001; Ward & Sweeney, 2013). Apesar do número de modelos constitutivos para a descrição do comportamento mecânico dos polímeros ser vasto, o montante daqueles que são capazes de associarem o comportamento macroscópico observado com os micromecanismos presentes é, até então, pequeno. É importante lembrar que a evolução dos modelos está intrinsicamente ligada ao universo de dados experimentais coletados, assim se faz dependente do volume de investigações realizadas. Principalmente no caso de polímeros, que apresentam comportamento dependente de inúmeros fatores, novos estudos sobre modelagem nunca devem ser negligenciados, uma vez que a condução destes se mostra essencial para avaliar a extensão, validade e reprodutibilidade dos diferentes modelos, viabilizando consequentemente melhorias.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo geral

O presente trabalho tem como meta o alcance de dois objetivos gerais: (i) implementação de um sistema de correlação de imagens digitais (CID) de baixo custo, e (ii) avaliação do comportamento de termoplásticos sob tração em grandes deformações.

1.2.2. Objetivos específicos

Dentro da implementação do sistema CID pretende-se: (i) estudar os efeitos de componentes e parâmetros de correlação que afetam a medição do campo de deformação; e (ii) determinar a acurácia e precisão dos resultados, de forma a validar o sistema CID desenvolvido em altas deformações.

Quanto a avaliação do comportamento de termoplásticos sob tração almeja-se: (i) caracterizar as propriedades mecânicas dos polímeros testados, polietileno de

alta densidade (PEAD), polipropileno (PP) e policloreto de vinila (PVC); (ii) estudar de forma mais detalhada o campo de deformação desenvolvido ao longo de todo o carregamento; e (iii) determinar um modelo constitutivo que seja capaz de descrever todo o comportamento mecânico obtido.

1.3. Organização da dissertação

A presente dissertação está dividida em seis capítulos conforme descrito a seguir.

O primeiro capítulo expõe uma breve introdução dos principais tópicos a serem abordados, explicitando as motivações que desencadearam o presente estudo, assim como os objetivos que se pretende alcançar.

O segundo e terceiro capítulos apresentam uma breve revisão teórica e bibliográfica envolvendo conceitos julgados importantes para o posterior entendimento dos resultados e compreensão das discussões. No segundo capítulo descreve-se o princípio básico e os principais atributos que permeiam a técnica de correlação de imagens digitais (CID). O apêndice A (disponível em: <https://mega.nz/#!LmR0XaZQ!YOn7eGSH8W3bI3iqYbvjezkOZTs7gKW4OCdKB7laZzM>) apresenta um material suplementar a esse capítulo, destacando aspectos básicos sobre fotografia e o funcionamento das câmeras digitais. No terceiro capítulo apresenta-se peculiaridades da classe de materiais abordada, os polímeros, expondo algumas características importantes como estrutura molecular, cristalinidade e propriedades mecânicas, dando ao final detalhes específicos de cada polímero estudado (polietileno de alta densidade (PEAD), polipropileno (PP) e policloreto de vinila (PVC)). Nesse capítulo conceitos que permeiam a modelagem do comportamento mecânico dos polímeros também são expostos, apresentando-se em detalhes modelos constitutivos potenciais para a descrição do comportamento mecânico dos polímeros e a técnica de estimação de parâmetros.

O quarto capítulo trata de todo o procedimento experimental envolvido no estudo. Detalham-se os materiais utilizados, as condições experimentais envolvidas e o arranjo experimental desenvolvido, destacando as etapas de preparação dos corpos de prova, aquisição das imagens, pós-processamento, análise dos resultados e modelagem do comportamento mecânico. Maiores detalhes do *software* correlação de imagens empregado e as configurações envolvidas podem ser

encontrados no apêndice B (disponível em: <https://mega.nz/#!LmR0XaZQ!YOn7eGSH8W3bI3iqYbvjezkOZTs7gKW4OCdKB7laZzM>).

No quinto capítulo discuti-se os resultados obtidos da avaliação do padrão granulado, da análise de incerteza da técnica CID 2D, do comportamento mecânico exibido pelos diferentes tipos de polímeros ensaiados e da modelagem da resposta mecânica.

Finalmente no sexto capítulo as conclusões são apresentadas e sugestões para trabalhos futuros são destacadas.

2 Correlação de Imagens Digitais (CID)

2.1. Descrição geral

A correlação de imagens digitais (CID) pode ser definida como uma ferramenta da metrologia óptica, flexível e eficaz na medição de campos globais de deslocamento e deformação, da mecânica experimental (Pan et al., 2008). O termo CID refere-se à classe de métodos de medida sem contato, que adquirem imagens de um objeto, as armazena em um meio digital e realiza um pós-processamento nas imagens para extrair campos globais de deslocamentos e/ou deformações (Sutton et al., 2009). A técnica CID propicia o estudo qualitativo, assim como quantitativo, das propriedades mecânica dos materiais submetidos a diferentes tipos de cargas.

Entre os métodos CID, a CID 2D, também chamada de CID bidimensional, se apresenta como o método mais popular, devido, sobretudo, ao seu arranjo experimental simples. Em geral, a implementação da CID 2D se dá em três passos: (i) preparação do experimento e da amostra, (ii) gravação de imagens da superfície da amostra antes e após aplicação de carga, (iii) processamento das imagens por meio de um programa de computador para obter os deslocamentos e por meio de relações geométricas, as deformações (Figura 2.1) (Oliveira, 2013).

Toda a análise conduzida durante a CID é baseada em um pressuposto central, em que o padrão de intensidade se deforma de forma correspondente, ponto a ponto, com a superfície do objeto a ser medido (Sutton et al., 1983). Três suposições básicas são comumente empregadas quando se usa a CID 2D para estimar o campo de deslocamento de um objeto. Primeiro, presume-se que o objeto é nominalmente plano. Em segundo lugar, considera-se que a superfície do objeto é paralela ao plano do sensor da câmera. E em terceiro lugar, assume-se que o objeto é carregado de maneira que as deformações sofridas se concentrem no plano de sua superfície. Traduzindo para a prática, assume-se que um objeto nominalmente plano é submetido a uma combinação de tensão de modo que o objeto se deforme predominantemente ao longo do plano de sua superfície (Sutton et al., 1983).

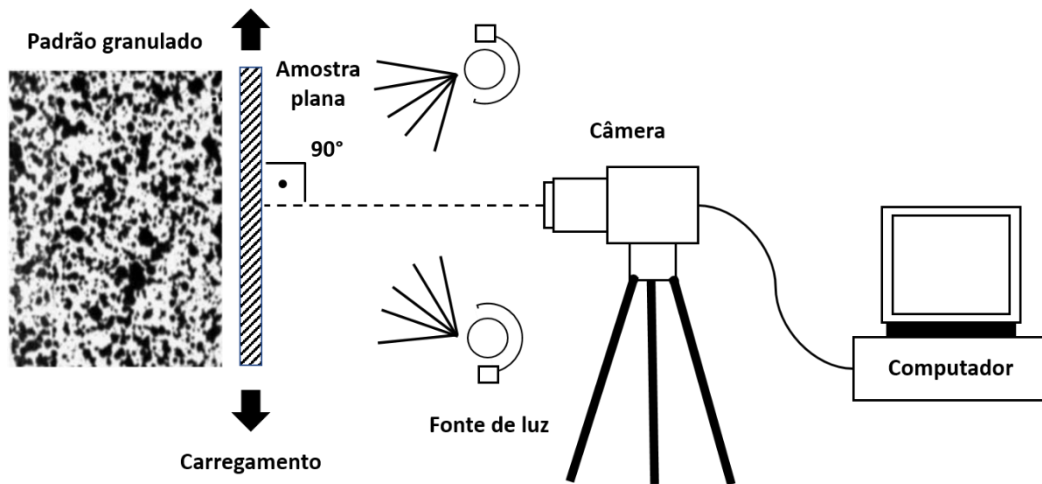


Figura 2.1. Representação esquemática de um sistema CID 2D. Destacando seus principais componentes: (i) computador, (ii) sistema de aquisição de imagens e (iii) corpo de prova dotado de um padrão aleatório granulado.

Embora o arranjo experimental para a implementação da CID 2D seja simples, o processo para a obtenção do campo de deslocamento e consequente campo de deformação, todavia bem definido, pode ser dispendioso e apresentar certa complexidade. O princípio básico da CID 2D perpassa pela busca e correspondência de regiões semelhantes presentes nas imagens capturadas antes e após a deformação (Bornert et al., 2009). As imagens capturadas são capazes de representar etapas distintas do carregamento. O sistema de aquisição, que pode ser composto por uma simples câmera e lente, é dotado de um sensor constituído por inúmeros sítios fotossensíveis, também chamados de pixels. Cada pixel é capaz de sentir certa quantidade de luz, armazenando valores de intensidade na escala de cinza, normalmente, com uma quantização de 8-bits (0 a 255) (Sutton et al., 1983). Imagens da amostra são comparadas, em pares, em diferentes estados de deformação, usando como principal portador de informação a intensidade de luz refletida. De forma a garantir a singularidade de cada região, necessária para a correspondência, a superfície da amostra deve exibir um padrão não repetitivo, isotrópico e de alto contraste. Caso a superfície da amostra, a ser medida, não apresente tais atributos, pode-se aplicar artificialmente, por diferentes formas, um padrão granulado aleatório de alto contraste que contemple todos os requisitos.

Apesar de ser relativamente simples para um observador humano identificar o movimento em imagens sucessivas, não é fácil formular o problema de correspondência em termos matemáticos; com isso existem muitas abordagens

distintas (Sutton et al., 2009). A abordagem mais empregada na CID é aquela baseada na correlação de *subsets*. O processo de correlação entre as imagens se dá pela busca de pixels na imagem deformada correspondentes aos da imagem de referência, não deformada, sendo a correspondência ideal dada pela maximização de uma função de similaridade adotada. Antes do processo de correlação, devido à natureza discreta dos valores de intensidade colhidos em cada pixel, faz-se uso de algum método de ajuste de superfície, isto é, um método de interpolação, de forma a apresentar os dados de maneira contínua e aumentar a precisão em posições entre pixels, também chamada de posições subpixel (Sutton et al., 1983). O nível de cinza de um pixel não é capaz de torna-lo único em relação aos demais, com isso, para facilitar a correspondência, pixels vizinhos também são usados no cálculo da intensidade para caracterizar determinada região de deformação (Lecompte et al., 2006; Sutton et al., 2009; Van Mieghem et al., 2017). A janela de correlação, formada pelo conjunto de pixels usados na correspondência, recebe o nome de *subset*.

Uma vez que o *subset* pode mudar de posição, forma e tamanho durante o carregamento, as coordenadas dos pontos do material no estado deformado são relacionadas as coordenadas dos pontos do material no estado de referência por uma função de deformação, chamada de função de forma. A função de forma é pré-estabelecida de acordo com o modo de deformação esperado (Van Mieghem et al., 2017). O deslocamento calculado, expresso no centro de cada *subset*, é dado pela média dos deslocamentos de cada pixel presente neste. Após a correspondência de determinada região, a busca continua nos *subsets* adjacentes, seguindo um tamanho de passo pré-determinado. A correspondência é verificada para diferentes regiões da imagem deformada, sendo quantificada por um valor de similaridade, dado por um critério de correlação. Junto a uma rotina de otimização, todos os *subsets* da imagem de referência são localizados na imagem deformada, podendo-se assim determinar os vetores de deslocamento, que são calculados no centro de cada *subset*, que unidos resultam no campo global de deslocamento (Lecompte et al., 2006; Pan et al., 2009).

2.2. Fontes de erro na CID

Como em qualquer método de medição, o uso efetivo da CID 2D depende de uma boa escolha de seus componentes, assim como do método de análise e processamento a ser empregado (Sutton et al., 2009). Embora, em um primeiro momento, grande parte dos erros pareça estar associado as aproximações realizadas durante a etapa de processamento, deve-se enfatizar, que por mais robusto e preciso que seja o algoritmo empregado, erros de medição associados a instabilidade do sistema de aquisição, má preparação da amostra e desvios no carregamento, não podem ser completamente eliminados durante a etapa de correlação (Pan et al., 2013b).

Como visto na seção anterior, o princípio básico para a determinação do campo de deslocamento e/ou deformação possui diversas nuances e detalhes, podendo ser afetado por diversas escolhas que ocorrem desde o processo de preparação da amostra até a obtenção do campo de deslocamento final. Assim, as variáveis que afetam a medição final são diversas. De forma a garantir medições confiáveis e que atendam ao nível de precisão desejado, é de suma importância que os fatores que possam potencializar os desvios das medições sejam compreendidos e identificados, sendo realizada também uma análise detalhada dos erros associados (Pan et al., 2013b).

Os efeitos de muitos desses fatores nas medições já foram imensamente discutidos e detalhados em inúmeras pesquisas (Bomarito et al., 2017; Pan et al., 2008, 2013b; Sutton et al., 2009; Wittevrongel et al., 2015). Comumente os fatores, também chamados de fontes de erro, na técnica CID são divididos de acordo com as diferentes etapas de experimentação: (i) preparação do corpo de prova, (ii) aplicação do carregamento, (iii) aquisição das imagens digitais e (iv) análise e processamento das imagens digitais (Pan et al., 2009).

Durante a preparação dos corpos de prova, as características do padrão granulado são de essencial importância para a minimização de erros posteriores na medição. Tamanho, forma e densidade devem ser controlados, assim como um alto contraste e uma boa iluminação devem ser fornecidos.

Durante a aplicação do carregamento, especial atenção deve ser concedida ao posicionamento da amostra em relação ao carregamento proposto, assim como do sistema de aquisição de imagem. O corpo de prova deve ser disposto de maneira a

estar sempre alinhado ao carregamento aplicado, com sua superfície perpendicular ao sistema de aquisição. Quando se usa apenas uma câmera para a realização das medições (CID 2D), deve-se tomar especial cuidado com a movimentação da superfície da amostra para fora do plano de foco. Qualquer movimento fora do plano de medição pode induzir deslocamentos na medição que não correspondem a deformação real sofrida pela amostra. Qualquer fonte que possa causar uma perturbação nos componentes de aquisição, aplicação do carregamento e na amostra deve ser mitigada, sendo assim importante a minimização da vibração.

Deve-se ter cuidado também ao selecionar o sistema de aquisição de imagens. Atributos da câmera, como resolução, alcance dinâmico, velocidade do obturador, abertura e nível de ruído, podem limitar o nível de precisão dos resultados. Especial atenção também deve ser dada a escolha das lentes. Além de selecionar uma que seja capaz de fornecer a magnificação e profundidade de foco adequadas, as lentes devem possuir qualidade suficiente, minimizando qualquer tipo de distorção na imagem.

De posse das imagens digitais, a correspondência entre as imagens é realizada, podendo-se assim obter, finalmente, os campos de deslocamento e deformação. A obtenção do campo de deslocamento e deformação, perpassa por um processamento computacional, onde a correspondência entre as imagens é encontrada por uma rotina de correlação que usa definições, critérios, métodos e funções previamente estabelecidos, como a definição de *subset*, critério de correlação, função de forma e método de interpolação.

2.2.1. Padrão granulado

A precisão da CID é dependente de diferentes parâmetros e o padrão granulado presente na superfície do corpo de prova desempenha um papel fundamental (Hassan et al., 2016). O propósito de se aplicar um padrão granulado sobre a superfície do objeto a ser medido é criar uma textura, que seja capaz de portar as informações de intensidade de forma exclusiva, sendo capaz de resolver o problema de correspondência de maneira única. Para chegar a soluções singulares, é necessário que o padrão granulado exiba certas propriedades. Estruturas orientadas, tais como linhas, limitam a determinação de vetores de movimento ao componente ortogonal à estrutura. Com isso, a textura ideal da superfície deve ser

isotrópica, isto é, não deve ter uma orientação preferida. Sabe-se também que a repetição de texturas pode levar a problemas de registro e correlação. Estas exigências conduzem naturalmente ao uso de texturas aleatórias. Além disso, a textura deve exibir um grande intervalo de intensidade, ou seja, alto contraste, de forma a minimizar qualquer erro de correspondência durante o processo de correlação. Assim o padrão granulado ideal deve ser isotrópico, aleatório e de alto contraste (Schreier et al., 2000; Sutton et al., 2009).

Como o padrão aleatório desempenha um papel significativo nos resultados da CID, o entendimento sobre suas principais características se faz necessário, possibilitando assim o seu controle e a aproximação de uma configuração ideal, que possa minimizar os erros introduzidos pelo próprio padrão (Bomarito et al., 2017). O padrão granulado pode ser caracterizado em termo de cinco atributos principais: (i) tamanho, (ii) forma, (iii) nitidez do contorno, (iv) densidade e (v) contraste.

2.2.1.1. Tamanho

A otimização do tamanho dos grânulos que compõe o padrão granulado é crítica. O tamanho médio dos grânulos possui um papel significativo na busca de similaridade dos algoritmos de otimização. O desafio está em torná-los cada vez menores, de forma a aumentar a resolução espacial, uma vez que a possibilidade de minimização dos *subsets* está diretamente relacionada ao tamanho. Porém, ao mesmo tempo, não os deixando tão pequenos, de maneira que não possam ser localizados ou que apresentem ambiguidade em suas posições, gerando incertezas na determinação dos resultados (Reu, 2014a). Estudos mostram que cada grânulo que compõe o padrão precisa ter pelo menos 3 pixels em tamanho, quando capturados pela câmera, de maneira a atingir satisfatoriamente os resultados de correlação (Hung & Voloshin, 2003; Reu, 2014a).

2.2.1.2. Forma

Quando se discute a forma do padrão granulado, existem apenas dois requisitos reais que devem ser levantados: (i) deve-se garantir que nem o menor grânulo que compõe o padrão granulado sofra de *aliasing*, e (ii) que o padrão não apresente nenhuma direcionalidade, o que muitas vezes leva a concepção da forma circular como sendo a ideal (Reu, 2014b). O *aliasing* pode ser definido como um

tipo de erro de visão computacional decorrente da própria limitação do sistema em gerar ou processar o sinal. Imagens com *aliasing* sofrem da incapacidade de representação, com fidelidade, de certas geometrias. Em alguns casos o número de pixels é insuficiente para retratar certos detalhes da imagem. Os maiores efeitos de *aliasing* são a perda de detalhes e o serrilhamento da imagem. Padrões com *aliasing* devem ser evitados a todo custo. A presença de *aliasing* no padrão pode adicionar ruído a imagem e, assim, comprometer a precisão da medição (Reu, 2014a). Os efeitos que o *aliasing* provoca sobre o padrão podem ser vistos na Figura 2.2. Percebe-se que o *aliasing* dificulta a identificação dos grânulos, mascarando assim, certos atributos do padrão granulado (Reu, 2014b).

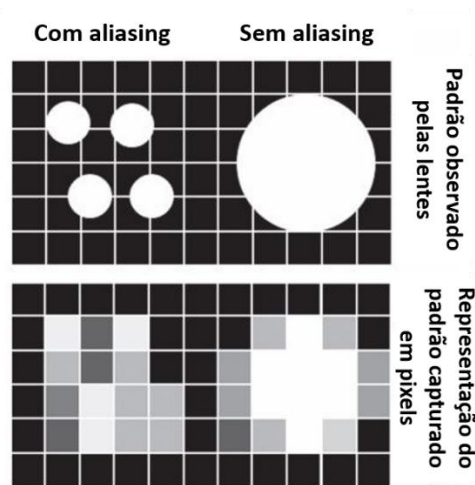


Figura 2.2. Representação esquemática dos efeitos de *aliasing* sobre os pontos que compõem o padrão granulado (adaptado de Reu (2014b)).

2.2.1.3. Nitidez do contorno

Em relação a nitidez do contorno, o que se discute especificamente é o perfil do contorno dos grânulos que compõem o padrão granulado em níveis de cinza. Grânulos com contornos mais suaves e borrados terão, tipicamente, pixels de transição entre as regiões clara e escura. Entretanto nos grânulos com contornos mais agudos e nítidos, a transição entre as regiões ocorrerá de forma mais abrupta. Assim, prefere-se grânulos com contornos suaves. O problema de se ter contornos mais agudos e nítidos é a sua propensão a apresentar *aliasing*, quando capturados pela câmera (Reu, 2015a).

Controlar a qualidade dos contornos presentes no padrão granulado é extremamente difícil. Com isso, existem truques que podem ser usados com as lentes de forma a adicionar filtros que suavizem os contornos, ou mesmo etapas de pré ou pós-processamento da imagem que podem ser introduzidas, alterando numericamente a imagem. Com relação as lentes, existem duas abordagens que são comumente usadas para aumentar a suavização dos contornos. A primeira e a mais fácil, é introduzir um pouco de desfocagem. Adquirir uma imagem fora de foco pode parecer prejudicial de início, porém a desfocagem pode promover um borramento da imagem, o que não é diferente nos contornos, suavizando a transição presente nestes. A segunda consiste em diminuir a abertura do diafragma com a lente próxima ao seu limite de resolução. Como no primeiro caso, a imagem também será borrada. Deve-se tomar cuidado com este método, pois pode-se reduzir o contraste, uma vez que a quantidade de luz captada é menor (Reu, 2015a).

Na prática, é sempre melhor tentar otimizar o contraste, o tamanho e a distribuição dos pontos ao custo de se perder um pouco o contorno ideal. Geralmente, quando se tenta obter pontos com bordas mais suaves, de perfeito tamanho, e ideal distribuição, particularmente com pintura em spray, acaba-se terminando com muita “névoa” cinza entre os pontos, perdendo-se assim contraste. Encontrar o equilíbrio perfeito entre todos esses parâmetros é sempre difícil. Assim, como regra geral, pode-se sacrificar um contorno perfeito em prol de otimizar os outros parâmetros. É válido atentar sempre para a otimização do tamanho e do contraste primeiro (Reu, 2015a).

2.2.1.4. Densidade

Uma das principais características de um bom padrão granulado é seu alto conteúdo de informações. Como toda a superfície é texturizada, as informações para a correspondência entre os padrões estão disponíveis em todos os lugares da superfície, não apenas concentrada em uma única região e nem de maneira esparsa. Isso permite o uso de uma janela, *subset*, relativamente pequena para a correspondência entre as imagens, aumentando-se assim a resolução espacial (Sutton et al., 2009).

Uma boa distribuição dos grânulos por toda a superfície ainda assegura a aleatoriedade necessária ao padrão e isotropia (Reu, 2015b). Idealmente, os

métodos de aplicação de padrão, permitem a obtenção de áreas brancas e pretas de mesmo tamanho. Entretanto, na prática, isso só ocorre para padrões impressos. O controle sobre a distribuição na pintura com spray e outras técnicas é mínimo. Frequentemente estas técnicas resultam em uma baixa densidade de grânulos combinada com pontos de diferentes tamanhos. A tentativa de maior preenchimento da superfície da amostra pode acarretar uma pulverização excessiva, isto é, uma névoa fina de tinta pode começar a cobrir certas áreas de transição, comprometendo substancialmente o contraste e promovendo *aliasing*, como já mencionado (Reu, 2014a, 2015b).

2.2.1.5. Contraste

Quantitativamente, o contraste de uma imagem pode ser definido como a razão entre a diferença de luminância de um objeto em relação a sua vizinhança e a luminância geral obtida, considerando todo o campo de visão (Sun et al., 1997). Tendo em vista a CID, o contraste pode ser definido como a diferença de níveis de cinza obtida entre as áreas escuras e claras presentes no padrão granulado (Reu, 2015c). Uma definição estatística é necessária quando se deseja avaliar imagens digitais. Com isso o contraste pode ser dado por:

$$C^* = \sigma_G / \mu_G \quad (2.1)$$

onde σ_G representa o desvio padrão dos níveis de cinza e μ_G representa a média dos níveis de cinza que compões a imagem (Sun et al., 1997). Existe um limite teórico de contraste ditado pela profundidade de bits da câmera. Porém geralmente há um limite prático definido pelas condições de iluminação e a qualidade da pintura (Reu, 2015c).

Uma abordagem geral para aumentar o contraste é expandir o intervalo de níveis de cinza, enquanto o ruído é controlado. Isso é possível pela seleção de câmeras com maiores níveis de quantização, assim aumentando-se a quantização de 8-bits, presente na maioria das câmeras comuns, para 10 ou 12-bits. Embora essa abordagem possa ser claramente vantajosa, propiciando a redução tanto dos erros sistemáticos quanto do ruído, uma desvantagem dessa escolha é o custo normalmente alto de câmeras com maiores níveis de quantização e o aumento de requisitos de armazenamento (2 bytes por pixel). Se a seleção da câmera estiver restrita a 8-bits, resta garantir uma boa iluminação do padrão granulado aplicado e

uma boa pintura, mantendo a distribuição de intensidades na maior faixa de níveis de cinza possível (Sutton et al., 2009).

Na busca pelo ótimo contraste, é fácil se cometer alguns erros e cair em algumas armadilhas. O primeiro equívoco é aumentar o ganho da câmera de forma a melhorar o contraste. Infelizmente, aumentando-se o ganho da câmera, aumenta-se o ruído, e isso acarreta em um aumento drástico dos erros. A melhor opção, nesse caso, é melhorar a iluminação, porém deve-se fazê-la de maneira eficiente. O aumento inconsequente da iluminação, pode acarretar em saturação dos pixels, podendo comprometer mais os resultados do que uma imagem de pouco contraste. Regiões saturadas sempre apresentarão uma baixa qualidade de resultados e, provavelmente, serão removidas completamente dos dados pela maioria dos pacotes de *softwares* comerciais. Reflexos e realces são também outras formas de saturação de pixel e frequentemente aparecem quando o objeto muda de forma, mesmo que não se tenha nenhuma região de realce ou reflexo no início do experimento. Eles geralmente ocorrem quanto a pintura base que compõe o revestimento é muito fina ou se encontra incompleta, tornando pequenas seções do material coberto visíveis. Tintas com brilho podem realçar o aparecimento de reflexos e realces e assim também devem ser evitadas (Reu, 2015c).

A despeito de existirem diferentes métodos para quantificar de forma precisa o contraste do padrão granulado (Reu, 2015c), o histograma se apresenta como um indicador simples e de fácil acesso. Os histogramas encontram-se disponíveis na maioria dos *softwares* de processamento de imagem e constituem uma ferramenta de acesso rápido ao intervalo de níveis de cinza. A partir do intervalo obtido, é possível fazer inferências sobre a qualidade do contraste. É importante salientar que apenas o contraste que diz respeito as áreas onde o padrão granulado está presente é relevante. Com isso deve-se ter cautela na avaliação, pois as outras partes da cena podem apresentar um maior contraste que a região de interesse, mascarando os valores reais da parte interessada (Reu, 2014c, 2015c).

Na maioria das vezes se precisa de menos contraste do que se realmente pensa. Com frequência um intervalo de 50 a 75 níveis de cinza já é adequado e, em circunstâncias excepcionais, pode-se aceitar inclusive intervalos menores (Reu, 2015c). O erro de correspondência é geralmente aquele que mais contribui para a incerteza em sistemas CID 2D, então tempo e cuidado devem ser sempre tomados em ordem a otimizar o contraste através de técnicas de iluminação e pintura.

Embora se tenha como fato que o contraste possa afetar negativamente os resultados, sua contribuição, em comparação aos outros parâmetros, sobre a precisão da CID é largamente discutida. Como é geralmente vantajoso usar um padrão granulado inerente, que ocorre naturalmente na superfície do objeto, pode ser desejável comprometer o contraste. Padrões naturais aliviam as preocupações em torno da preparação da superfície, incluindo a possibilidade de descolagem de tinta durante o teste. Entretanto, esses tipos de padrões costumam apresentar sempre um contraste menor. Finalmente, como é a relação entre ruído e contraste que determina a incerteza, a minimização do ruído é ainda mais importante quando o contraste da imagem se encontra comprometido (Reu, 2015c).

2.2.1.6. Aplicação

Uma vez determinados os principais atributos que compõe o padrão granulado, a próxima preocupação se dá em como aplicar esse. Na maioria dos casos, em vez de usar a textura natural da amostra, um padrão granulado artificial é aplicado de maneira a melhorar a precisão da CID (Hassan et al., 2016). Muitos investigadores se utilizam da pintura da superfície para alcançar o padrão de alto contraste requerido pela CID. Isso se dá, pois é relativamente fácil criar um padrão com bom contraste que produzirá resultados de boa qualidade. Entretanto, em alguns casos, o uso da pintura pode comprometer severamente as medições (Reu, 2015d).

Dois problemas recorrentes da pintura artificial são (i) a adesão e (ii) o “carregamento” da tinta. Vale lembrar, que quando a superfície do material é pintada artificialmente, a CID acompanhará a movimentação da pintura devido ao carregamento, e talvez não da superfície do material. Se a textura artificial aplicada não aderir perfeitamente a superfície da amostra, os deslocamentos, e consequentemente as deformações medidas, não representarão o que realmente está ocorrendo com o corpo de prova. O “carregamento” da tinta refere-se a possível contribuição da pintura na modificação de propriedades do material. Isso pode ocorrer quando se usa objetos de pequena espessura ou muito flexíveis, em que a rigidez ou massa da tinta pode alterar sensivelmente a resposta da estrutura. Como exemplo, não é apropriado usar uma superfície pintada para medir a deformação de

filmes muito finos, pois a tinta dominaria a resposta (Bomarito et al., 2017; Reu, 2015d).

O padrão granulado pode ser alcançado por diferentes métodos de aplicação. Podem-se destacar o uso de instrumentos como o aerógrafo, a caneta marcador e o spray, e técnicas como a pulverização de partículas, microestampagem, litografia e estêncil. Dependendo da região a ser medida, do controle dos atributos que compõem o padrão e da precisão desejada, métodos diferentes de aplicação podem se tornar adequados (Reu, 2014c).

A pintura por spray é provavelmente o método de aplicação de padrão mais popular (Reu, 2014c). A aplicação do padrão por spray, normalmente, se dá em três etapas. Primeiro, cobre-se a superfície com uma tinta clara (ou escura). Estando a tinta seca, pulveriza-se a superfície, revestindo-a com um spray de tinta escura (ou clara), de maneira a formar um contraste com a tinta previamente aplicada. E, em seguida, continua-se o processo de pulverização até que a densidade de partículas se aproxime do valor desejado (Reu, 2014c).

As duas principais dificuldades enfrentadas na aplicação do padrão granulado são a sua aderência à superfície e o controle sobre as características finais. A preparação da superfície, antes da aplicação da tinta, deve ser considerada uma etapa primordial do processo de aplicação, uma vez que aumenta as chances de fixação do padrão granulado, sobretudo em análises cujo objetos sofrerão grandes deformações. Etapas como limpeza e lixamento da superfície do material, sempre que possíveis, nunca devem ser ignoradas. (Sutton et al., 2009).

Apesar do uso do spray auxiliar na dispersão das partículas sobre a amostra, facilitando o processo de aplicação e aumentando sua rapidez, o domínio sobre os atributos finais do padrão granulado é difícil. Mesmo tendo especial cuidado com a distância de aplicação e o tempo de pulverização, o controle sobre o tamanho, distribuição e aspecto dos grânulos é pequena, o que pode resultar em superfícies com um padrão granulado contendo um intervalo de distribuição de tamanhos, contraste de regiões com maior e menor número de grânulos, e aglutinação de grânulos, modificando assim completamente a forma circular de um padrão ideal.

É importante também que se teste a amostra logo após o tempo adequado de secagem. O tempo entre a pintura e a o teste deve ser relativamente pequeno, horas ou alguns dias no máximo. Embora essa recomendação possa parecer estranha e sem sentido, diversos estudos apontam que a medida que a tinta continua a secar,

essa se torna mais frágil e, com isso, mais propensa a falhas. O tempo de espera é particularmente importante quando se quer medir altas deformações ou altos gradientes de deformação, em que uma pintura superficial mais “flexível” dará uma melhor chance de sucesso (Reu, 2015d). Quanto maior a deformação que se deseja medir, mais crítica é a pintura da superfície. Lamentavelmente, mesmo que se tenha todo cuidado na aplicação e se consiga atingir uma pintura próxima a perfeição, em ensaios com gradientes de deformação muito elevados, a pintura recorrentemente irá falhar (Reu, 2015d).

2.2.1.7. Critérios para avaliação da qualidade

Sabe-se que os erros associados as medições de deslocamento usando-se a CID estão intimamente conectados a qualidade do padrão granulado. Em outras palavras, a medição de deslocamento para diferentes padrões granulados usando-se a técnica CID pode ser diferente mesmo que o estado de deformação da amostra e os parâmetros de cálculo sejam os mesmos. Consequentemente, como avaliar a qualidade do padrão granulado é inquestionavelmente um importante, porém, confuso problema para os usuários da CID. Assim, um critério efetivo para avaliação da qualidade do padrão granulado se torna necessário e útil para a otimização do uso da CID (Pan & Li, 2011; Pan et al., 2010).

Diferentes critérios de avaliação do padrão granulado têm sido propostos na literatura, gerando uma gama de diferentes parâmetros de medida de qualidade do padrão (Pan & Li, 2011; Pan et al., 2010). Os parâmetros não conseguem fornecer uma definição de um padrão perfeito a ser usado, pois não há controle suficiente na aplicação do padrão ou em métodos de processamento da imagem de modo a obter consistentemente a mesma qualidade de padrão. Em vez disso, os parâmetros são melhores usados como ferramentas de avaliação comparativa de forma a avaliar os métodos de aplicação e investigar/ mitigar os erros associados às medições com a CID (Crammond et al., 2013). Comumente, os critérios de avaliação da qualidade do padrão granulado alcançam três propósitos principais, podendo ser usados (i) como guias práticos para a preparação da superfície das amostras; (ii) na predição da precisão dos deslocamentos medidos; e/ou (iii) na seleção do tamanho de *subset* ótimo para diferentes padrões granulados, sendo combinado a precisão da medição de deslocamento desejada (Pan et al., 2010; Yaofeng & Pang, 2007).

No geral, os parâmetros de avaliação da qualidade do padrão granulado podem ser classificados quanto a abrangência da avaliação, sendo globais quando permitem a avaliação de todo o padrão granulado, e locais quando identificam a qualidade do padrão associada a cada *subset*. O principal benefício da aplicação de parâmetros globais é sua facilidade de uso. Entretanto, devido a não uniformidade do padrão granulado por toda a superfície devido, majoritariamente, a áreas com valores de gradiente excepcionalmente altos ou de baixa intensidade, os parâmetros globais não são capazes de fornecer uma indicação da aleatoriedade e exclusividade do padrão, sendo estas apenas percebidas pelos parâmetros locais. (Crammond et al., 2013; Hua et al., 2011).

Os parâmetros de qualidade do padrão também podem ser divididos segundo o método de avaliação empregado, tendo a maioria como base o uso da intensidade do nível de cinza para a avaliação. Entretanto, alguns se utilizam das características morfológicas do padrão, e, ainda, outros se baseiam em ambos os métodos de avaliação destacados (Park et al., 2017).

As propriedades morfométricas do padrão, como tamanho, forma e distribuição, são importantes indicadores da qualidade do padrão granulado (Crammond et al., 2013). Dentre os métodos morfométricos usados para avaliar a qualidade do padrão granulado, pode-se destacar aquele apresentado por Lecompte et al. (2006) e Crammond et al. (2013). Embora os dois métodos possuam objetivos semelhantes, que é a determinação da distribuição e do tamanho médio dos grânulos que compõem o padrão granulado de forma a quantificar sua qualidade, as etapas de processamento da imagem envolvidas são completamente diferentes.

O método desenvolvido por Lecompte et al. (2006) se baseia na execução de operações morfológicas sucessivas para a quantificação da qualidade do padrão granulado (Figura 2.3). Operações morfológicas são técnicas de processamento de imagens baseadas no estudo das formas. O valor de cada pixel da imagem de saída é baseado na comparação do pixel correspondente presente na imagem de entrada com os seus vizinhos.

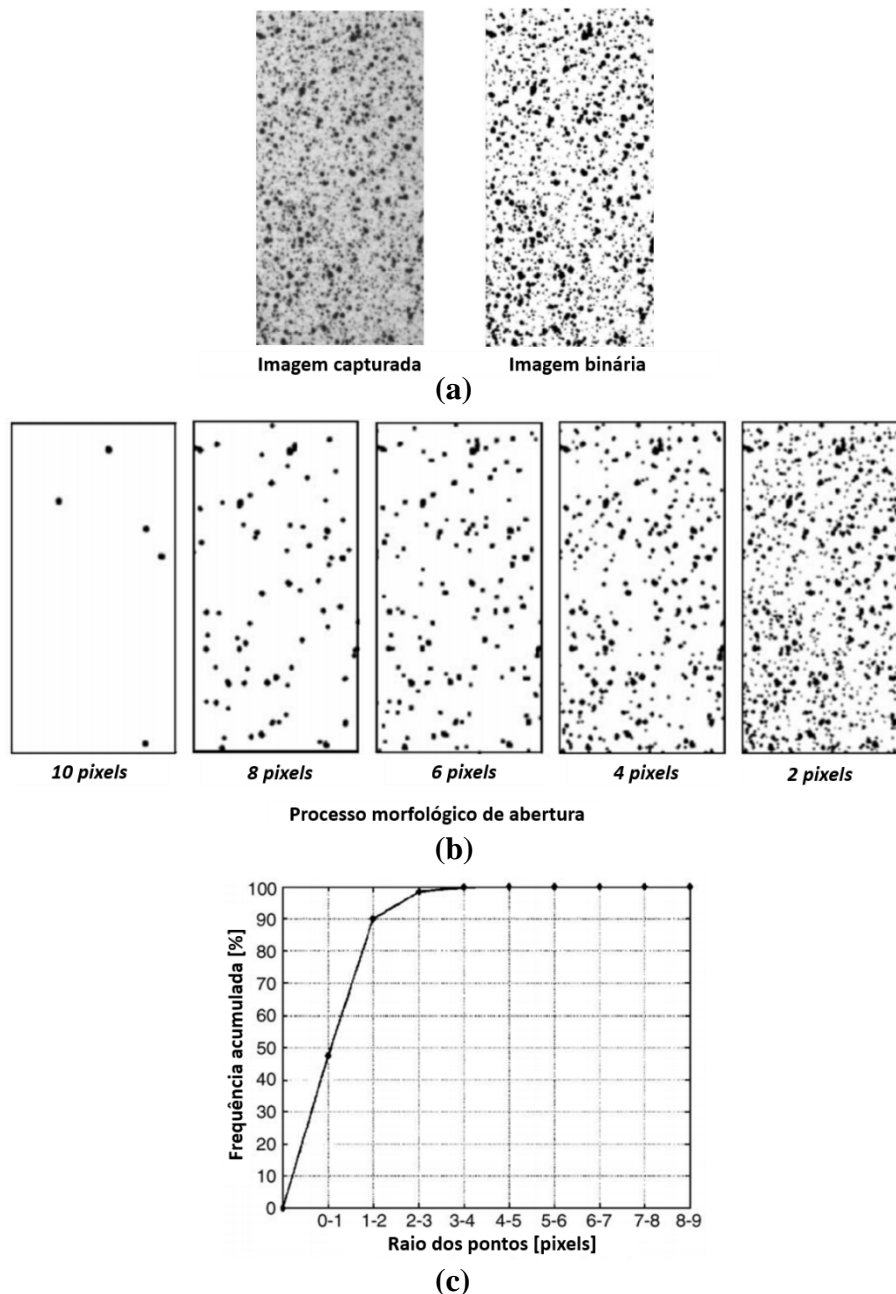


Figura 2.3. (a) Binarização da imagem capturada por meio da segmentação, (b) localização de pontos com diâmetro maior do que 10, 8, 6, 4 e 2 pixels, respectivamente, pela aplicação do processo morfológico de abertura e (c) frequência acumulada do raio dos pontos que compõem o padrão granulado (adaptado de Lecompte et al. (2006)).

A técnica de operação morfológica alcança melhores resultados para imagens binárias. Sendo assim a imagem capturada do padrão granulado é primeiramente transformada em uma imagem preto e branco. Isso é feito estabelecendo-se um limiar de segmentação, determinado nível de cinza, e tornando todos os pixels com nível de cinza superior ao pré-estabelecido brancos, e todos os pixels com nível de

cinza inferior ao pré-estabelecido pretos. Com isso, obtêm-se ao final uma imagem que contém os pontos que compõe o padrão granuloso bem delimitados (Figura 2.3a). Subsequentemente, a operação morfológica de abertura é usada para localizar os grânulos com um raio médio maior do que o pré-estabelecido (Figura 2.3b). Repetindo-se a operação de abertura para diferentes raios, consegue-se calcular a distribuição de tamanho dos grânulos que compõem o padrão granuloso e também o tamanho médio correspondente (Figura 2.3c) (Lecompte et al., 2006).

Embora o método desenvolvido por Lecompte et al. (2006) possa ser simples e de rápida aplicação, a aleatoriedade de formas presentes no padrão granuloso pode influenciar significativamente na avaliação da qualidade do padrão granuloso. Muitas das vezes os grânulos que compõe o padrão granuloso não são totalmente circulares, ocasionando um problema na identificação destes quando se usa operações morfológicas baseadas em formas circulares. Além do mais, o estabelecimento de um limiar na transformação binária é subjetivo, fornecendo valores de distribuição e tamanho altamente variáveis, podendo até mesmo mascarar a avaliação da qualidade do padrão granuloso (Crammond et al., 2013; Pan et al., 2010).

Diante desses problemas, Crammond et al. (2013) desenvolveram um método morfométrico que se utiliza do filtro Gaussiano e do operador Laplaciano para a detecção de bordas, produzindo assim representações mais precisas do tamanho e forma dos grânulos. Primeiramente, um filtro Gaussiano é aplicado a imagem de forma a reduzir o ruído e, então, o operador Laplaciano é usado para calcular a segunda derivada espacial da imagem. A partir disso, regiões que apresentam uma abrupta mudança de intensidade podem ser detectadas, o que possibilita a identificação das bordas dos pontos que compõem o padrão granuloso. A detecção precisa da borda é controlada por um ajuste cuidadoso do valor do gradiente Laplaciano e do desvio padrão correspondente ao filtro Gaussiano. O processo é mostrado na Figura 2.4. Pode ser visto na Figura 2.4b que algumas arestas, que não formam um contorno fechado ao redor dos grânulos que compõem o padrão granuloso, são detectadas. Então uma técnica de forma 2D alfa é empregada de forma a reconstruir um contorno fechado a partir dos pixels obtidos ao longo das bordas. O método de forma alfa formaliza a noção intuitiva de “forma” dada por um conjunto de pontos. É criada uma generalização de um “casco convexo”, que descreve o espaço delimitado por um conjunto de pontos baseados nos pontos mais

externos. A generalização da forma alfa para o casco convexo permite que formas côncavas e convexas sejam mapeadas, criando um perfil de borda realista, combinando melhor com a forma real do padrão. A partir desses contornos fechados, uma imagem binária do padrão granulado é criada para análise, como mostra a Figura 2.4c. A aplicação do método de detecção de bordas permite que o tamanho e o número dos grânulos sejam analisados em qualquer imagem (Crammond et al., 2013).

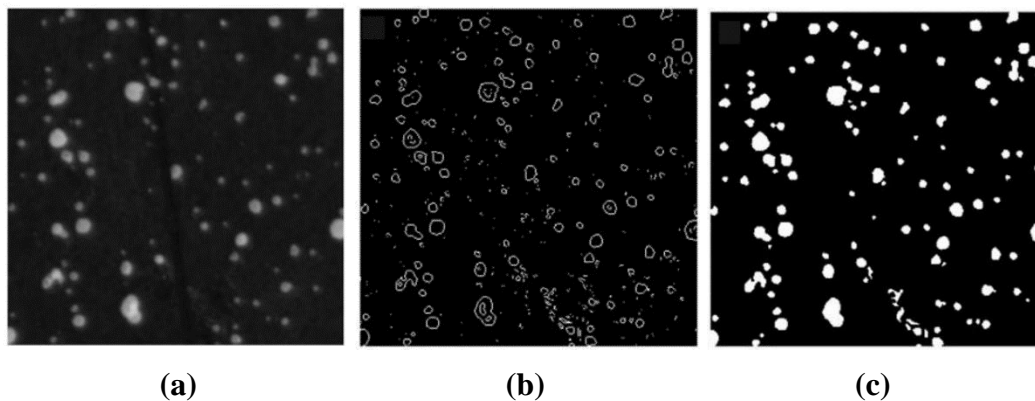


Figura 2.4. (a) Imagem do padrão granulado, (b) imagem após a detecção das bordas e (c) imagem binária do padrão granulado (Crammond et al., 2013).

A distribuição dos tamanhos dos grânulos que compõem o padrão pode ser expressa como uma porcentagem cumulativa do número total de pontos no padrão, podendo assim também identificar facilmente o tamanho médio dos pontos que compõem o padrão. As distribuições podem ser normalizadas dividindo-se pela taxa de cobertura do padrão, isto é, o número total de pixels que definem os grânulos dividido pelo número total de pixels presentes na imagem que compõe todo o padrão. Isso elimina qualquer erro nos resultados causados por diferenças de densidade de grânulos em oposição a diferenças morfométricas devido à mudança na resolução espacial (Crammond et al., 2013).

Os parâmetros morfométricos de processamento de imagem, como o operador Laplaciano, o filtro Gaussiano e a reconstrução de forma alfa, usados na metodologia desenvolvida por Crammond et al. (2013) fornecem um maior grau de controle e flexibilidade para se adaptar a uma ampla gama de padrões granulados, métodos de aplicação e escalas.

2.2.2. Iluminação

É bom enfatizar que a luz é tão importante quanto a presença do padrão granulado para criar uma boa imagem (Reu, 2014c). A iluminação é um componente-chave para se obter boas medidas com a CID. A qualidade da medição está diretamente relacionada a qualidade da imagem. O contraste da imagem e o nível de ruído são determinados pela interação entre o padrão granulado e a luz. Em muitos casos uma boa iluminação pode ajudar a salvar situações onde se tem um padrão granulado com atributos piores que os ideais, e ao contrário, uma má iluminação pode arruinar facilmente um bom padrão granulado (Reu, 2013a; Tong, 2005).

As qualidades que se buscam em uma boa iluminação são: planicidade, uniformidade e intensidade adequada. Uma iluminação plana significa que não parece ter uma fonte de luz, ou seja, a iluminação é difusa. Isso permite a iluminação do corpo de prova sem que se criem áreas de realce ou destaque na imagem. Uma boa iluminação é auxiliada pela aplicação da tinta certa sobre a superfície. Apenas tintas planas ou foscas devem ser usadas. Tinta brilhantes ou de “semi-brilho” são difíceis de serem iluminadas sem o aparecimento de regiões de destaque. Mesmo com tintas foscas, quando se olha para objetos planos, ou objetos que se deformam se aproximando ou se afastando da câmera, existirão regiões problemáticas da superfície, que se alinharão a luz e a câmera. Nestas situações o uso de métodos que possam difundir a luz é mais benéfico. Uma abordagem comum é o uso de materiais difusos ou plásticos translúcidos. Outro método é refletir a luz em uma superfície fosca, como papel ou até mesmo as paredes da sala, de maneira a iluminar a superfície do objeto de interesse de maneira indireta. Todos esses métodos necessitam de fontes que sejam capazes de emitir grande quantidade de luz, uma vez que parte da luz será “desperdiçada” para criar uma iluminação plana e plena da superfície do corpo de prova (Reu, 2013a).

2.2.3. Movimento fora do plano

Quando se conta com uma única câmera para realizar as medições, CID 2D, um cuidado especial deve ser tomado no posicionamento da câmera de maneira a deixá-la perfeitamente perpendicular à superfície da amostra. O propósito desse meticuloso alinhamento é reduzir os deslocamentos fora do plano, uma vez que

estes resultam em deformações artificiais errôneas (Van Mieghem et al., 2017). Durante o processo de carregamento o objeto pode se movimentar pouco para fora do plano de análise. Ao usar uma única câmera para obter o campo de deslocamento do objeto, o movimento relativo fora do plano em relação ao sistema de aquisição de imagem poderá induzir gradientes de deslocamento no plano da imagem. Dependendo da magnitude dos gradientes induzidos, esses podem corromper as medições de deslocamento no plano, dificultando ou impossibilitando a separação das deformações reais que estão ocorrendo no plano, daquelas induzidas pelo movimento de corpo rígido fora do plano (Sutton et al., 2009).

Na prática, a movimentação fora do plano de medição é geralmente inevitável. Até em ensaios de tração simples, o movimento fora do plano pode ser induzido por (i) efeito de Poisson, (ii) desvios de planicidade, (iii) pequena flexão da amostra, (iv) estricção local durante o carregamento e (v) desvios das condições ideais de fixação das garras. Com isso faz-se necessário o maior conhecimento dos fatores envolvidos com o movimento fora do plano, assim como é necessária sua quantificação, de forma a estabelecer sua contribuição para os desvios de medição e, por fim, determinar métodos que sejam capaz de separar e corrigir seus efeitos sobre a medição final (Pan et al., 2013b; Sutton et al., 2008).

A Figura 2.5 mostra esquematicamente os efeitos da translação e rotação para fora do plano sobre os deslocamentos da imagem sobre o plano do sensor para um sistema de lentes simples. Considerando L como a distância da lente à imagem formada sobre o sensor, Z a distância entre objeto e lente e (X, Y) as dimensões do plano do objeto; as dimensões da imagem formada no plano do sensor ($x_s(Z)$, $y_s(Z)$) podem ser determinadas, levando-se em conta o modelo *pinhole*, através das relações (Sutton et al., 2008, 2009):

$$x_s(Z) = -\frac{L}{Z}X = M_T X \quad (2.2)$$

$$y_s(Z) = -\frac{L}{Z}Y = M_T Y \quad (2.3)$$

onde M_T é o fator de magnificação da imagem. A posição da imagem no sensor pode ser definida como $(x_s, y_s) = (XM_T, YM_T)$.

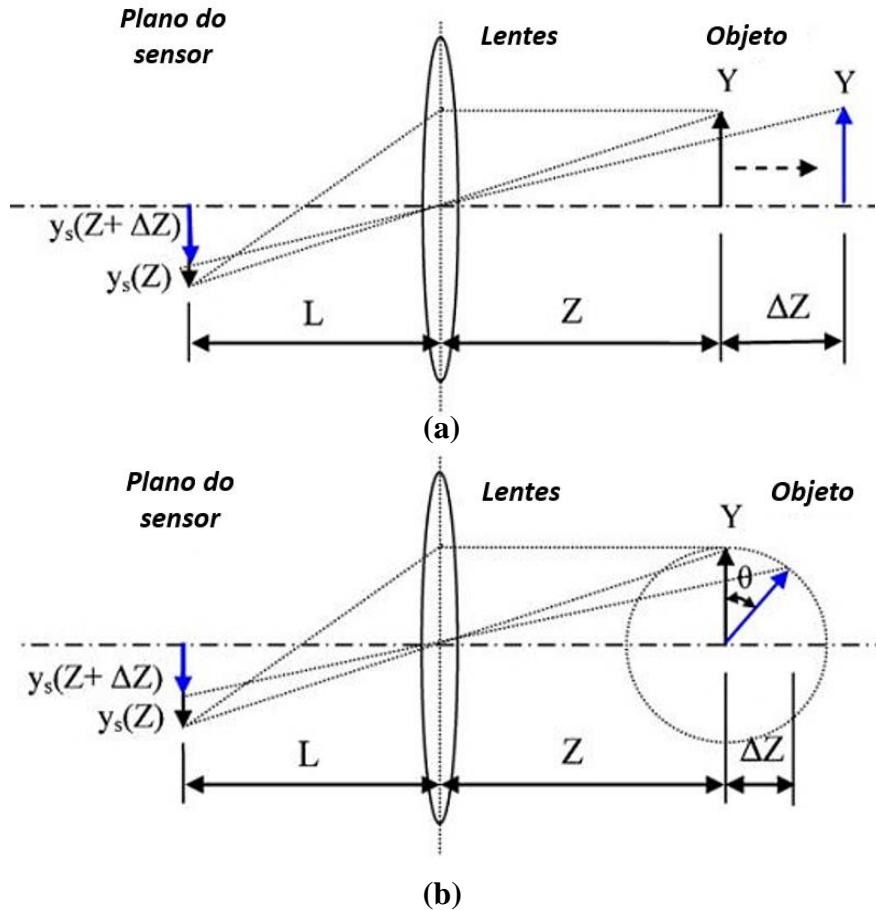


Figura 2.5. Efeito da (a) translação fora do plano e (b) rotação fora do plano no campo de deslocamento medido sobre o plano do sensor para um sistema de aquisição padrão composto por uma câmera (adaptado de Sutton et al.(2008)).

O movimento fora do plano pode ser introduzido por dois fatores principais. O primeiro fator, indicado na Figura 2.5a, é a pura translação fora do plano da amostra, isto é, um movimento perpendicular da amostra em relação ao eixo óptico da câmera. Por causa da movimentação, a amostra é redimensionada, resultando em deformações artificiais. As deformações artificiais podem ser quantificadas pela expressão (Sutton et al., 2008, 2009; Wittevrongel et al., 2015):

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial U(\Delta Z)}{\partial x_s} \approx -\frac{\Delta Z}{Z} \quad (2.4)$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\partial V(\Delta Z)}{\partial y_s} \approx -\frac{\Delta Z}{Z} \quad (2.5)$$

onde $U(\Delta Z)$ e $V(\Delta Z)$ representam o campo de deslocamento induzido pela translação fora do plano (ΔZ), e ε_{xx} e ε_{yy} são as deformações artificiais introduzidas pela translação fora do plano (ΔZ). Assumindo-se ΔZ como positivo quando se afasta da lente, as eqs. (2.4) e (2.5) mostram que a translação fora do plano,

induzindo um afastamento do objeto em relação a lente, diminui a capacidade de magnificação da imagem e introduz deformações normais negativas em todas as direções (Sutton et al., 2008).

O segundo fator é a rotação da amostra em relação ao plano do sensor (Figura 2.5b). A rotação da amostra torcerá a imagem, resultando em um gradiente no campo de deformação (Wittevrongel et al., 2015):

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial U(\Delta Z)}{\partial x_s} \approx -\frac{Y \sin \theta}{Z} \quad (2.6)$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\partial V(\Delta Z)}{\partial y_s} \approx \cos \theta - 1 - \frac{Y \sin 2\theta}{Z} \quad (2.7)$$

onde θ representa a rotação angular em torno do eixo x e ΔZ é a movimentação fora do plano correspondente a uma rotação θ no sentido horário. As eqs. (2.6) e (2.7) mostram que a rotação fora do plano em relação a um eixo paralelo ao eixo horizontal do plano do sensor (x_s), introduz deformações normais negativas em todas as direções, cuja intensidade depende do ângulo de rotação, θ , e da distância do ponto a ser medido em relação ao eixo de rotação (Sutton et al., 2008).

É importante notar que a pura translação fora do plano resulta em uma deformação artificial constante, enquanto que para pura rotação, um gradiente de deformação é observado. As equações acima também indicam uma relação inversa entre as deformações artificiais e a distância da câmera Z . Assim, uma maior distância da câmera irá reduzir o efeito da movimentação fora do plano. Porém, é importante notar que quando a mesma lente é usada, o aumento da distância da câmera pode resultar em uma perda considerável de resolução espacial, uma vez que o mesmo número de pixels estará representando distâncias maiores (pixels/mm). Com isso, um compromisso entre distância e resolução espacial deve ser encontrado. (Wittevrongel et al., 2015).

Para minimizar os efeitos provocados pela movimentação fora do plano, em medições usando a CID 2D, sugere-se que se siga alguns passos (Pan et al., 2009, 2013b). Primeiro, deve-se organizar a câmera e a objetiva de modo que a distância do objeto à frente da lente seja maximizada. O uso de lentes de longo foco ou extensores podem ajudar na obtenção da distância desejada, de maneira que não se perca resolução sobre a região de interesse. Dentre as lentes mais usadas podem-se destacar as telecêntricas. Lentes telecêntricas funcionam de maneira semelhante a telescópios, disponibilizando alta magnificação e uma boa transmissão da luz.

Quando bem projetadas são capazes de reduzir a sensibilidade fora do plano para um nível controlável, de maneira que os movimentos fora do plano deixem de contribuir significativamente para a introdução de erros na medição dos campos de deslocamentos e deformações. Embora o seu uso possa contribuir para mitigar o problema do movimento fora do plano, o uso de lentes telecêntricas de alta qualidade nas experimentações CID é ainda pequeno, por conta (i) do seu grande peso e tamanho, (ii) elevado custo, (iii) disponibilidade de apenas magnificações fixas e (iv) limitada profundidade de foco (Reu, 2013b; Sutton et al., 2008; Van Mieghem et al., 2017; Wittevrongel et al., 2015). Em segundo lugar, a perpendicularidade entre a direção de visualização e a superfície do objeto deve ser garantida. Métodos sofisticados podem ser empregados para se atingir um alinhamento perfeito, porém o uso de dispositivos simples e gerais, como esquadro, fita métrica, espelho e um ponteiro laser já é suficiente para se chegar a um alinhamento adequado. E, em terceiro lugar, deve-se certificar de que o carregamento esteja alinhado ao eixo central da amostra, de forma a minimizar qualquer tendência de deformação fora do plano, devido aos efeitos de flexão (Sutton et al., 2009).

Admitindo a precisão como prioridade, a contribuição do movimento fora do plano na aparição de deformações artificiais nos campos mensurados pode ser quantificada. A avaliação do erro embutido pelo movimento fora do plano em relação a deformação medida pode ser obtida pela seguinte equação (Sutton et al., 2009):

$$100(\Delta Z/Z)/\varepsilon_{nm} < \delta \quad (2.8)$$

onde ε_{nm} representa a deformação normal medida e δ é o nível aceitável de erro decorrente do movimento fora do plano.

2.2.4. Profundidade de campo e campo de visão

Em fotografia, diferentes abordagens já foram propostas para quantificar a nitidez de uma imagem. Em uma dessas, a imagem é considerada em foco desde que permaneça dentro da profundidade de campo do sistema de imagem. A profundidade de campo pode ser definida como o intervalo de distâncias da imagem em que o objeto é capturado com certa quantidade aceitável de nitidez (Van

Mieghem et al., 2017). Um sistema simples de lentes detém uma única superfície focal, contendo as localizações ideais de foco da imagem. A profundidade de campo é determinada por três fatores: (i) distância do objeto a lente, (ii) distância focal da lente e (iii) abertura relativa do diafragma (Sutton et al., 2009). A profundidade de campo pode ser maximizada afastando-se o objeto da câmera, diminuindo a distância focal da lente e reduzindo ao máximo a abertura relativa do diafragma.

O campo de visão é definido como sendo a extensão angular de uma determinada cena que é capaz de ser visualizada por uma câmera. Para lentes que projetam imagens retilíneas, não distorcidas espacialmente, de objetos distantes, a distância focal e as dimensões do formato da imagem definem por completo o ângulo de visão. O campo de visão é máximo quando a câmera forma uma imagem que coincide com a dimensão do sensor (Sutton et al., 2009).

Existem equações que quantificam a profundidade de campo e o campo de visão de um sistema de imagem em termos dos principais parâmetros ópticos do sistema, como (i) comprimento focal, (ii) abertura relativa do obturador, (iii) fator de foco, (iv) formato da imagem e (v) distância do objeto a imagem (Sutton et al., 2009).

O controle da profundidade de campo se torna essencial quando se usa altas magnificações. Sistemas de aquisição com alta magnificação possuem baixa profundidade de campo. A profundidade de campo decresce rapidamente com o aumento da magnificação ($\propto (M_T)^{-2}$). Nesses casos, uma pequena movimentação fora do plano já é o suficiente para induzir uma perda de foco, contribuindo ainda mais para o aumento de erros na medição. Diferentes métodos existem de maneira a minimizar a perda de foco. Uma maneira simples é o uso do foco automático. Deve-se atentar somente para o fato de que o foco seja garantido sempre sobre a região de interesse. (Sun et al., 1997; Sutton et al., 2009).

2.2.5. Exposição

Quando uma câmera digital captura uma imagem, pode-se interpretar cada valor de intensidade como sendo a média de intensidade obtida ao longo de um tempo especificado de captura. Este tempo “pré-determinado” é chamado de tempo de exposição. Em cenários quase estáticos, em que o objeto se encontra essencialmente estacionário durante a aquisição da imagem, o tempo de exposição

influenciará somente na quantidade de luz que chegará ao sensor, tendo consequências sobre a iluminação do objeto e seu contraste. No entanto em situações em que a movimentação ou deformação do objeto é perceptível durante a aquisição da imagem, como por exemplo, em ensaios de impacto, ensaios de fadiga e pressurização variável, o tempo de exposição possui um papel mais significativo. Além de modificar o contraste, pela influência da quantidade de luz que chega ao sensor, este também afetará a nitidez da imagem capturada (Sutton et al., 2009).

Para ensaios em alta velocidade, o tempo de exposição selecionado pode ser insuficiente para discernir o movimento, resultando em uma imagem borrada. Embora tempos de exposição muito curtos levem a uma máxima discriminação do movimento, a quantidade de luz que chega ao sensor pode ser tremendamente reduzida, levando a captura de imagens escurecidas e de baixo contraste. Entretanto, a quantidade de luz pode ser corrigida variando-se outros atributos do triângulo de exposição, como abertura, sensibilidade ISO e velocidade do obturador, conseguindo-se assim obter um ideal compromisso entre nitidez e contraste.

Foco, abertura e exposição devem ser configurados ao mesmo tempo, pois todos eles estão interligados. A profundidade de campo é controlada pela abertura que por sua vez modifica a exposição ou iluminação. Tem-se na literatura algumas sugestões de passos que devem ser seguidos, quando se configura esses parâmetros, em ordem a maximizar a qualidade da imagem capturada. Inicialmente iluminação, abertura e exposição devem ser configuradas de maneira que se tenha pelo menos um intervalo de 50 níveis de cinza sobre a região de interesse do padrão granulado. Uma vez que seja alcançada uma boa iluminação, o foco pode ser otimizado. A melhor forma de alcançar uma boa configuração é colocar na abertura máxima, de forma a se obter a menor profundidade de campo ao mesmo tempo que se modifica simultaneamente a exposição, de maneira que a imagem não fique superexposta. Geralmente, experimentos com CID são realizados com aberturas pequenas de maneira a melhorar a profundidade de campo. A necessidade de uma boa profundidade de campo, e exposição pequena o bastante para congelar a movimentação do objeto, geralmente requer uma maior quantidade de luz (Reu, 2013c).

2.2.6. Ruído e artefatos presentes na imagem

Durante a captura das imagens da superfície dos corpos de prova, diferentes tipos de ruído estão presentes, de forma inevitável nas imagens digitais. Grande parte dos ruídos de fundo presentes no sinal de uma câmera é devido a flutuações térmicas. Com isso uma forma de reduzir o ruído é usar câmeras digitais refrigeradas que minimizam o ruído térmico. Porém esse tipo de câmera especial é difícil de ser encontrado e possui um custo elevado. Uma alternativa para que não haja variação de temperatura durante o processo de captura é iniciar a câmera um pouco antes do ensaio de maneira que quando este começar, todos os componentes já tenham atingido a temperatura ideal de trabalho. Para casos quase estáticos, em que várias imagens podem ser adquiridas em cada estágio, utilizar a média de intensidade entre imagens sequenciais pode ser uma boa solução para minimização ou até mesmo eliminação de ruídos de intensidade aleatória (Pan et al., 2009; Sutton et al., 2009).

Os códigos comerciais estimam a deformação a partir da inclinação do deslocamento calculado. Usar a “inclinação” ou derivada do deslocamento para calcular a deformação segue naturalmente da definição da deformação, que é dada pela variação do comprimento dividido pelo comprimento inicial. Uma vez que se mede a inclinação, a presença de ruído nos dados é amplificada, tornando os resultados de deformação mais ruidosos do que os resultados de deslocamento. Para minimizar o ruído, um maior número de pontos é usado para ajudar a suavizar os resultados. O número de pontos de dados selecionados para o cálculo da inclinação cria uma área, chamada frequentemente de extensômetro virtual. Uma decisão então nesse momento precisa ser tomada pelo investigador, pois o uso de um maior número de pontos para a criação de um maior extensômetro virtual fornece uma melhor suavização, reduzindo assim os ruídos presentes, porém a suavização pode mascarar gradientes de deformação presentes, frequentemente o resultado que mais interessa. Um compromisso entre suavização e a média da deformação é sempre necessário. O tamanho físico do extensômetro virtual pode ser calculado pegando-se o número de pontos usados para o cálculo das deformações e multiplicando-o pela distância entre os pontos. É surpreendente o quão rápido os extensômetros vão se tornando relativamente maiores na tentativa de minimizar o ruído (Reu, 2012a).

Imagens gravadas podem conter artefatos (imperfeições) indesejados. As imperfeições podem ser causadas por múltiplos fatores. Manchas de água, poeira ou até mesmo o mal funcionamento de algum componente do sistema de aquisição, podem provocar o aparecimento de pontos ou regiões na imagem indesejadas. Na maioria das vezes, pontos bem focalizados são causados por poeira ou outros contaminantes presentes nos elementos de vidro em frente ao plano do sensor. Como a imagem de tais artefatos permanecerá em um local fixo no plano do sensor, o movimento do objeto estimado usando *subsets* que contenham esses pontos fixos serão deslocados devido à sua presença. Se a fonte dos pontos fixos estiver localizada dentro da câmera, é mais provável que isso se deva a contaminantes na tampa de vidro do plano do sensor e é necessária uma limpeza cuidadosa desse componente. Se a fonte dos pontos fixos estiver localizada no trem da lente, as lentes devem ser removidas e a parte frontal da câmera deve permanecer tampada para proteger o vidro do sensor (Reu, 2013c).

Um tipo adicional de imperfeição por ponto fixo ocorre quando um conjunto de pixels não responde à luz incidente, normalmente registrando valores nulos para a intensidade. Conhecidos como “pixel mortos”, esses artefatos são associados a um mal funcionamento do sensor da câmera e podem ser facilmente identificados por imagens realizadas sobre um cartão cinza, onde a média das intensidades encontrada é usada para o reconhecimento desses pontos. Dependendo do fabricante da câmera, têm-se diferentes maneiras de se corrigir a presença de pixels mortos ao longo da imagem. Frequentemente são identificados e inutilizados via mapeamento de pixel feito pelo próprio *hardware* da câmera, ou corrigidos por algum *software* de processamento de imagem (Reu, 2013c).

Deve-se mencionar também a presença de imperfeições devido a reflexões locais na superfície do objeto. A reflexão desigual de um objeto pode promover a saturação de algumas áreas, assim como a minimização de intensidade em outras. Como a CID se utiliza do campo de intensidades para a correspondência entre as imagens, a variação brusca do campo de intensidades pode ocasionar problemas no processo de correlação, induzindo erros na medição. Como tal é sempre recomendável que os experimentos sejam configurados para minimizar o potencial de reflexões. Como os reflexos são geralmente introduzidos pelo uso de tintas brilhantes ou pela presença de uma superfície refletora no objeto, recomenda-se o uso de tintas foscas e/ou revestimentos anti-reflexo. Para situações em que tais

métodos não podem ser aplicados, a iluminação da amostra deve ser organizada de modo que os pontos brilhantes da imagem sejam minimizados (Sutton et al., 2009).

2.2.7. Distorção

Na prática é muito difícil ou até mesmo impossível construir um sistema óptico no qual todas as lentes são perfeitamente paralelas, tem seus centros ópticos perfeitamente alinhados e possuam uma curvatura que atenda à forma exigida para a estimativa gaussiana ideal. Como resultado, o ponto descrito pela aproximação gaussiana cujo raio interceptaria o plano da imagem não é mais válido, ocasionando desvios nas posições reais da imagem, variando de poucos a vários pixels em relação ao modelo ideal. Perturbações na forma ou orientação da imagem podem ser sentidas, ganhando o nome de distorções (Sutton et al., 2009). Com uma técnica óptica baseada em imagens para a medição de deformação, as medições realizadas com a CID 2D são fortemente afetadas por distorções da lente, que podem estar presentes de uma maneira maior ou menor nos sistemas ópticos de imagem reais (Pan et al., 2013a).

Para lentes reais, como as de distância focal fixa, com zoom ou mesmo as mais caras e de alta qualidade como as telecêntricas, a existência de distorções na imagem adquirida é inevitável devido a aberrações da lente, desalinhamento dos elementos ópticos e não paralelismo entre plano da imagem e plano do sensor. Devido a característica não uniforme das distorções provocadas pela lente, a mesma movimentação da superfície do objeto pode causar diferentes movimentações no plano do sensor. Fica claro, que os deslocamentos não uniformes induzidos nas imagens capturadas pelas distorções geradas pelas lentes podem ser detectados durante a correlação CID e com isso corromper a medição dos deslocamentos verdadeiros induzido por carregamentos externos, diminuindo consequentemente a precisão das medições CID 2D (Yoneyama et al., 2006). Deve ser enfatizado que os erros nos resultados de deformação devido as distorções provocadas pelas lentes são mais pronunciados do que nos deslocamentos, pois um processo de diferenciação numérica é comumente usado para calcular o campo de deformação a partir do campo de deslocamento, que pode então amplificar os erros (Pan et al., 2013a, 2013b).

Diante do potencial das distorções em promover erros substanciais de medição, em todas as aplicações em que a precisão se faz necessária, é essencial que as distorções possam ser adequadamente modeladas, medidas e eliminadas (Sutton et al., 2009). Nestes casos, métodos que permitam corrigir as distorções devem ser aplicados. Existem diferentes métodos de correção para distorções, porém todos seguem o mesmo princípio básico, primeiro quantifica-se a influência das distorções sobre a resposta e posteriormente adequa-se um modelo corretivo (Yoneyama et al., 2006).

Fisicamente as distorções ocorrem quando a localização da imagem não corresponde a previsão dada pelo modelo *pinhole*. Assim, para a correção, pode-se introduzir um modelo de distorção antes da realização da previsão da imagem pelo modelo *pinhole*. Como as imagens digitalizadas provindas do sensor são os dados primários para estimar as distorções, a abordagem mais conveniente é realizar a correção da distorção após realizar a estimativa da localização da imagem pelo modelo *pinhole* (Sutton et al., 2009).

A abordagem mais comum no desenvolvimento de modelos de distorção paramétrica é incluir individualmente os efeitos de cada tipo de distorção e combiná-los ao final para obter-se a distorção total da imagem. Uma desvantagem óbvia desta abordagem para a modelagem de distorção é a similaridade dos vários componentes de distorção individuais, dificultando a quantificação precisa dos parâmetros particulares de distorção. Outra desvantagem é que a equação resultante para o modelo é altamente não linear em relação às posições da imagem, necessitando de estimativas precisas dos parâmetros iniciais para reduzir o potencial de convergência para o ponto ótimo, resultando na possibilidade de grandes erros residuais caso níveis modestos a altos de distorção estejam presentes. Devido a essas dificuldades, é comum a seleção de apenas um ou dois componentes de distorção para a modelagem, reduzindo assim o número de parâmetros que exigem estimativas iniciais e precisas (Sutton et al., 2009).

Os modelos de distorção de imagem representam geralmente transformações de coordenadas da imagem distorcida para as coordenadas da imagem ideal, sem distorções, a ser medida. O modelo de câmera *pinhole* que considera a influência da distorção de lente está esquematicamente representado na Figura 2.6. Fica claro que um ponto da imagem se desvia da sua posição ideal quando existe qualquer distorção da lente. O modelo de distorção da lente descreve uma equação

matemática que relaciona as coordenadas de um ponto de uma imagem livre de distorção às coordenadas de um ponto distorcido. Para descrever a relação entre esses dois pontos, um sistema de coordenadas com origem localizada no centro das distorções é considerado. Os dois eixos paralelos, designados X_d e Y_d , são paralelos às coordenadas dos eixos da imagem convencional. (C_x, C_y) representam a coordenada do centro de distorção, que possui localização assumida no centro da imagem de forma a simplificar as relações, (x_u, y_u) e (x_d, y_d) representam respectivamente a imagem ideal não distorcida e a imagem real distorcida. Com isso as coordenadas (x_u, y_u) de um ponto ideal de uma imagem sem distorção podem ser expressas em função das coordenadas (x_d, y_d) da sua contraparte real distorcida através das relações (Pan et al., 2013a) (Yoneyama et al., 2006).

$$x_u = x_d + \alpha_x(x_d, y_d) \quad (2.9)$$

$$y_u = y_d + \alpha_y(x_d, y_d) \quad (2.10)$$

onde α_x e α_y expressam em valores a magnitude das distorções ao longo dos eixos X_d e Y_d .

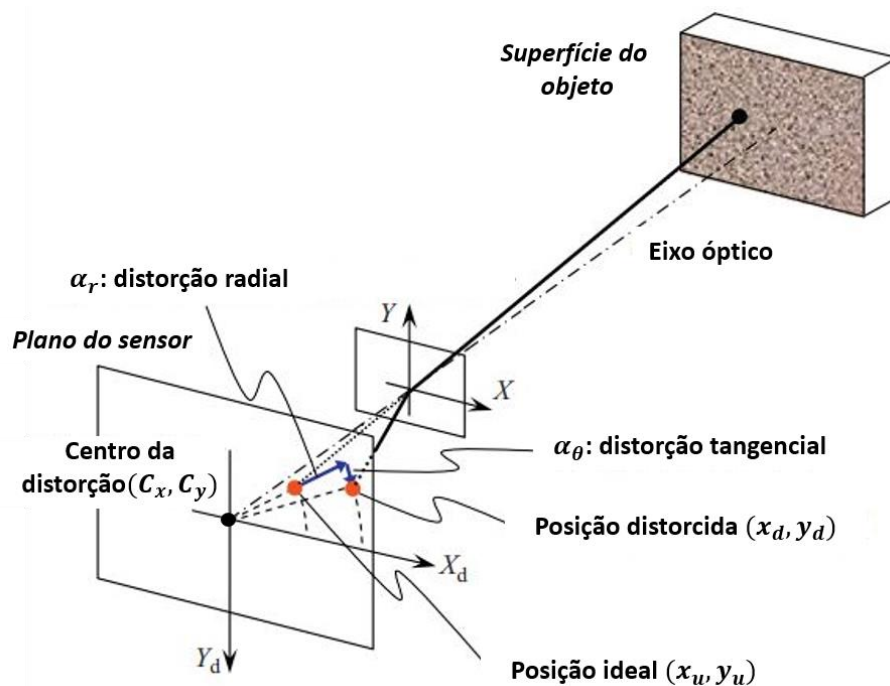


Figura 2.6. Representação esquemática do modelo de câmera *pinhole* considerando a influência das distorções promovidas pelas lentes (adaptado de Pan et al.(2013a)).

Comumente os modelos de distorções podem ser decompostos em dois termos, que refletem os efeitos da distorção radial (α_r) e tangencial (α_θ). A

distorção radial representa a deformação adicional imposta ao longo do centro de distorção para o ponto considerado. Ela é estritamente simétrica em relação ao eixo óptico. Por outro lado, a distorção tangencial é a deformação adicional imposta perpendicular a essa direção. Em vários casos a distorção tangencial pode ser desconsiderada, uma vez que seus efeitos são bem menores quando comparados ao da distorção radial (Yoneyama et al., 2006).

Devido aos deslocamentos serem mensurados diretamente dos atributos das imagens, na CID a distorção radial possui maior efeito sobre o campo medido. Quanto maior o afastamento do ponto considerado para medição em relação ao centro da imagem, maior será o efeito da distorção radial (Pan et al., 2013a). Comumente a relação considerada nos modelos entre distorção radial e afastamento do ponto central é cúbica. A distorção radial (α_r) pode ser quantificada pela expressão (Yoneyama et al., 2006):

$$\alpha_r = k_1 r^3 + k_1 r^5 + k_1 r^7 + \dots \quad (2.11)$$

onde r é a distância entre o centro da distorção e o ponto da imagem a ser considerado e k_1, k_2, k_3, \dots são os coeficientes da distorção radial. Assumindo-se que os termos de maior ordem que três possam ser desconsiderados, as distorções nos eixos x e y causadas pela presença de distorções radiais podem ser dadas, em coordenadas cartesianas, como (Yoneyama et al., 2006):

$$\alpha_x = k_1 x(x^2 + y^2) \quad (2.12)$$

$$\alpha_y = k_1 y(x^2 + y^2) \quad (2.13)$$

As distorções tangenciais (α_θ) são geralmente associadas a problemas presentes nos componentes ópticos. Podem ser fruto da descentralização dos elementos ópticos presentes na objetiva, de imperfeições de fabricação ou projeto das lentes ou ainda de uma montagem imprecisa da câmera. Com isso, os efeitos das distorções, radial e tangencial, sobre determinado ponto da imagem podem ser quantificados pelas expressões (Yoneyama et al., 2006):

$$\alpha_x = (g_1 + g_3)x^2 + g_4xy + g_1y^2 + k_1x(x^2 + y^2) \quad (2.14)$$

$$\alpha_y = g_2x^2 + g_3xy + (g_2 + g_4)y^2 + k_1y(x^2 + y^2) \quad (2.15)$$

onde g_1, g_2, g_3 e g_4 são os coeficientes de distorção tangencial. Os coeficientes de distorção das lentes podem ser facilmente quantificados pelo uso de testes de translação simples no plano (Pan et al., 2013a).

A Figura 2.7 expõe os defeitos causados pelos dois tipos de distorções. Como um todo, a distorção radial provoca uma expansão, distorção positiva ou tipo barril, ou contração, distorção negativa ou tipo almofada, na imagem, causando em particular um deslocamento “para dentro” ou “para fora” de determinado ponto da imagem em comparação com a sua localização ideal (Yoneyama et al., 2006).

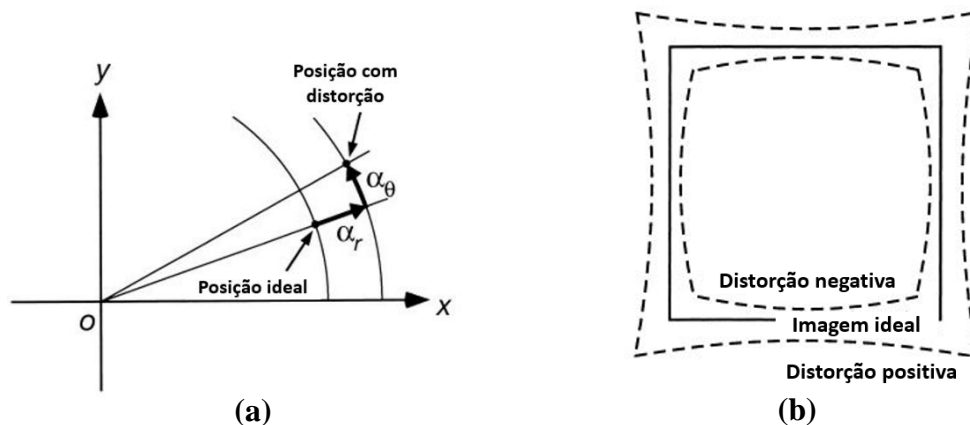


Figura 2.7. (a) Distorções radial e tangencial e (b) efeitos da distorção radial sobre a imagem (adaptado de Yoneyama et al.(2006)).

2.2.8. Função de forma

Assim como nas simulações de elementos finitos (EF), a CID divide a imagem em vários *subsets* para análise. Diferentemente dos EF, os *subsets* são independentes e não possuem continuidade forçada entre eles. Os *subsets* quadrados, definidos na imagem de referência, são então procurados em todas as imagens subsequentes deformadas. É fato, que o *subset* quadrado definido na imagem de referência terá uma forma diferente na imagem deformada, uma vez que mudará de forma à medida que a amostra é carregada. Para acomodar esta mudança de forma e movimento, a adoção de uma função de forma matemática é necessária (Sutton et al., 1986). Baseado na hipótese de continuidade da deformação em um objeto sólido deformado, pontos que são vizinhos no *subset* de referência continuarão sendo vizinhos no *subset* alvo (Figura 2.8). Sendo assim, as coordenadas do ponto, $Q(x_i, y_i)$, vizinho ao centro do *subset* de referência, $P(x_o, y_o)$, podem ser correlacionadas ao ponto $Q'(x'_i, y'_i)$ presente no *subset* alvo a partir de uma função de forma (Pan et al., 2009):

$$x'_i = x_i + \xi(x_i, y_j) \quad (2.16)$$

$$y'_j = y_j + \eta(x_i, y_j) \quad (2.17)$$

onde ξ e η representam o deslocamento total sofrido pelo *subset* e variam de acordo com a ordem da função de forma empregada. Funções de forma de maior grau podem ser usadas para descrever estados de deformação mais complexos do *subset* (Figura 2.9).

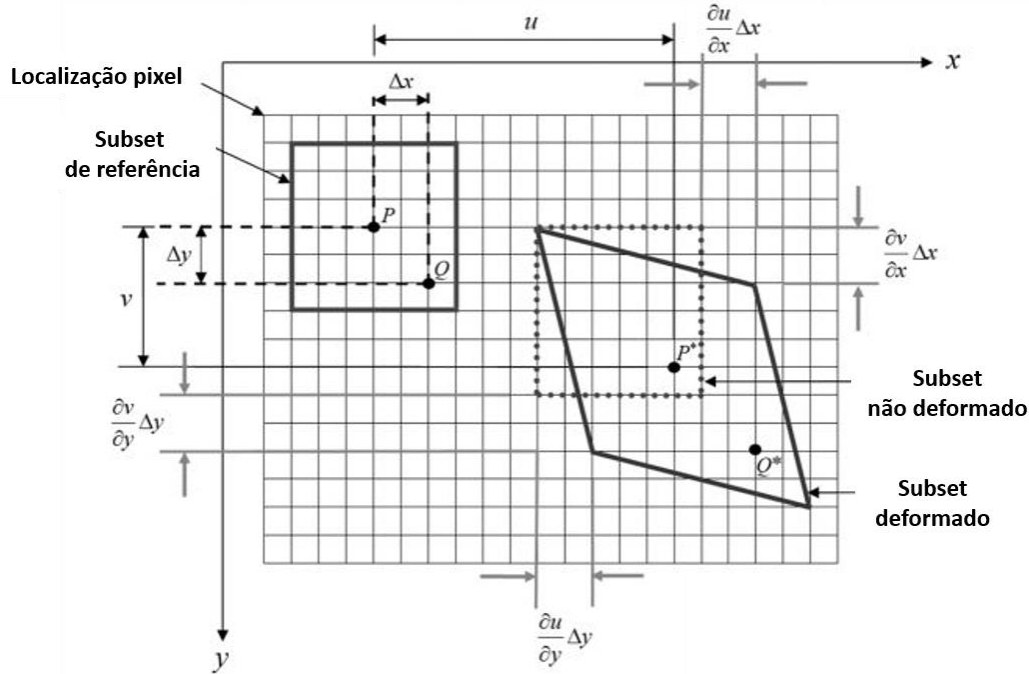


Figura 2.8. Parâmetros de deformação usados para representar o deslocamento médio sob o plano de um *subset* (adaptado de Khoo et al. (2016)).

Se apenas movimento de corpo rígido existir nos *subsets* de referência e deformado, isto é, se os deslocamentos de cada ponto que compõe o *subset* for o mesmo, uma função de ordem zero encontra uso apropriado (Khoo et al., 2016; Pan et al., 2009):

$$\xi_0(x_i, y_j) = u \quad (2.18)$$

$$\eta_0(x_i, y_j) = v \quad (2.19)$$

onde u e v representam as componentes de deslocamento do centro do *subset* de referência nas direções x e y . A função de forma mais simples possui ordem polinomial zero, porém diferentes ordens podem ser usadas (Bornert et al., 2009).

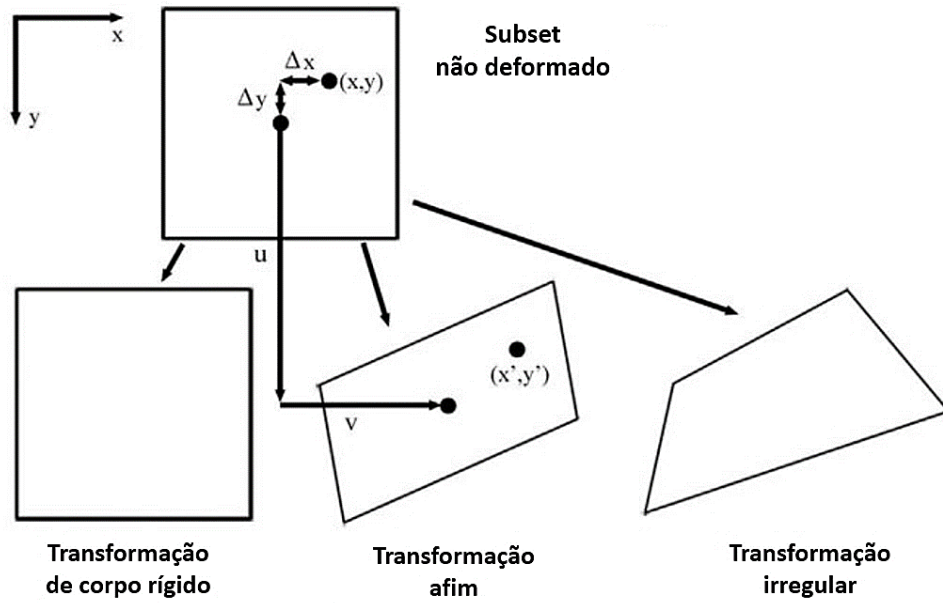


Figura 2.9. Possíveis transformações de *subset* que devem ser reproduzidas pela função de forma.

As funções de forma de ordem zero não são adequadas para representar os *subsets* que passam por uma combinação de translação, rotação, deformação normal e cisalhante. Para isso as funções de forma de primeira ordem são comumente usadas e podem ser expressas na forma (Khoo et al., 2016; Pan et al., 2009):

$$\xi_1(x_i, y_j) = u + \frac{\partial u}{\partial x} \Delta x + \frac{\partial u}{\partial y} \Delta y \quad (2.20)$$

$$\eta_1(x_i, y_j) = v + \frac{\partial v}{\partial x} \Delta x + \frac{\partial v}{\partial y} \Delta y \quad (2.21)$$

onde $\partial u / \partial x$ e $\partial v / \partial y$ representam as deformações normais, $\partial v / \partial x$ e $\partial u / \partial y$ fazem menção as deformações cisalhantes, e Δx e Δy representam as distâncias do centro do *subset* de referência a um ponto arbitrário dentro do mesmo *subset*, só que deformado, nas direções x e y respectivamente (Khoo et al., 2016).

Embora a função de forma de primeira ordem, também chamada de função de forma afim, seja a função mais simples capaz de atender a todos os requisitos básicos comumente impostos pela CID, conseguindo entregar boa precisão e elevada eficiência computacional, essa possui limitações intrínsecas. Por ser uma função linear, essa só é capaz de representar movimentos de translação e rotação, alongamento e cisalhamento. Além disso, apenas formas de objetos planos e gradientes de deformação lineares podem ser representados perfeitamente. Em muitos casos, a função de forma afim fornece uma representação adequada. No

entanto, em casos em que os gradientes de deformação são grandes ou em objetos altamente curvos, a suposição linear pode resultar em erros, impondo um efeito de suavização no campo de deslocamento medido (Reu, 2012b; Xu et al., 2017).

Quando não se têm a opção de alterar a função de forma, ou esta é desconhecida, os erros devido a escolha de uma função de forma, que não descreve com precisão o campo de deformação, podem ser minimizados selecionando-se *subsets* menores. Vale lembrar que para manter um nível de ruído aceitável, ao usar *subsets* pequenos, é importante maximizar o conteúdo de informações na imagem aplicando um padrão granulado com grânulos de tamanho menor. Deve-se atentar a condição de pixels por grânulos já discutida. Quando se minimiza o tamanho do padrão granulado, têm-se a necessidade mínima, de que cada grânulo que componha o padrão granulado tenha pelo menos 3 pixels de tamanho. Ao final, frequentemente, consegue-se alcançar um bom compromisso entre resolução espacial e ruído (Reu, 2012b).

2.2.9. Critério de correlação

Para avaliar o nível de similaridade entre os *subsets* de referência e deformado, um critério de correlação deve ser definido previamente a análise de correlação (Pan, 2011; Pan et al., 2009). Embora diferentes definições de critérios de correlação possam ser encontradas na literatura, pode-se categorizar os principais em quatro grandes grupos, sendo estes baseados na (i) correlação cruzada (*Cross Correlation* – CC), (ii) correlação da soma das diferenças absolutas (*Sum of Absolute Differences* – SAD), (iii) correlação da soma das diferenças quadráticas (*Sum of Squared Differences* – SSD), e (iv) correlação da soma paramétrica das diferenças quadráticas (*Parametric Sum of Squared Differences* – PSSD). Encontram-se listados nas Tabelas 2.1 a 2.4 os principais critérios adotados dentro de cada grupo (Pan et al., 2009). Para as definições presentes, assume-se que o *subset* de referência quadrado contém $n = (N \times N)$ pixels discretos e $f(x_i, y_i)$ e $g(x'_i, y'_i)$ denotam os valores de intensidade do i -ésimo pixel do *subset* de referência e do subset alvo, respectivamente. De forma a tornar a representação mais simples e breve, as representações dos valores de intensidade $f(x_i, y_i)$ e $g(x'_i, y'_i)$ foram simplificadas como f_i e g_i . Os limites inferior e superior da soma também foram

omitidos em todas as derivações, seguindo o mesmo propósito. Além disso, $\bar{f} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n f_i$, $\bar{g} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n g_i$, $\bar{f}_i = f_i - \bar{f}$ e $\bar{g}_i = g_i - \bar{g}$.

Tabela 2.1. Critérios de correlação cruzada (Pan, 2011; Pan et al., 2009).

Critérios de correlação cruzada (CC)	Definição
Correlação cruzada (CC)	$C_{CC} = \sum f_i g_i$
Correlação cruzada zero (ZCC)	$C_{ZCC} = \sum \bar{f}_i \bar{g}_i$
Correlação cruzada normalizada (NCC)	$C_{NCC} = \frac{\sum f_i g_i}{\sqrt{\sum f_i^2 \sum g_i^2}}$
Correlação cruzada normalizada zero (ZNCC)	$C_{ZNCC} = \frac{\sum \bar{f}_i \bar{g}_i}{\sqrt{\sum \bar{f}_i^2 \sum \bar{g}_i^2}}$

Mesmo sob condições experimentais quase ideais, haverá diferenças entre a intensidade das imagens gravadas em diferentes momentos. Estas alterações podem ser ocasionadas por diversas razões, tais como alterações de iluminação, mudança de refletividade da amostra devido aos esforços aplicados, ou até mesmo por conta de desvios na orientação do material. Tais mudanças podem ser localizadas, não afetando a imagem de maneira integralmente igual (Sutton et al., 2009). Assim, um critério de correlação robusto deve ser usado para acomodar as variações de intensidade presentes na imagem deformada, caso contrário, erros na medição do deslocamento significativos podem ocorrer devido à incompatibilidade de mudança da intensidade. Com base nessa consideração, os critérios ZNCC, ZNSAD, ZNSSD e PSSDab, com dois parâmetros desconhecidos adicionais, têm sido altamente recomendados para uso prático (Pan, 2011; Pan et al., 2009; Reu, 2012c). Para superar as limitações apontadas normaliza-se o coeficiente encontrado e usa-se junto ao cálculo o coeficiente de correlação central, que representa nada mais que média dos valores de pixel dentro de um subset (Clocksin et al., 2002). Os critérios de média zero (Z) são insensíveis na compensação das alterações de intensidade do *subset* deformado, enquanto que os critérios normalizados (N) são insensíveis às mudanças de escala da intensidade, assim os critérios normalizados de média zero (ZN) são insensíveis à escala e às alterações de intensidade. O uso destes tipos de

critérios se torna crítico em muitas aplicações, uma vez que mudanças na iluminação ou mudanças de refletividade da amostra são difíceis de controlar (Sutton et al., 2009).

Tabela 2.2. Critérios de correlação baseado na soma das diferenças absolutas (Pan, 2011; Pan et al., 2009).

Critérios de correlação da soma das diferenças absolutas (SAD)	Definição
Soma das diferenças absolutas (SAD)	$C_{SAD} = \sum f_i - g_i $
Soma das diferenças absolutas de média zero (ZSAD)	$C_{ZSAD} = \sum \bar{f}_i - \bar{g}_i $
Soma das diferenças absolutas normalizada (NSAD)	$C_{NSAD} = \sum \left \frac{f_i}{\sqrt{\sum f_i^2}} - \frac{g_i}{\sqrt{\sum g_i^2}} \right $
Soma das diferenças absolutas normalizada de média zero (ZNSAD)	$C_{ZNSAD} = \sum \left \frac{\bar{f}_i}{\sqrt{\sum \bar{f}_i^2}} - \frac{\bar{g}_i}{\sqrt{\sum \bar{g}_i^2}} \right $

Tabela 2.3. Critérios de correlação baseado na soma das diferenças quadráticas (Pan, 2011; Pan et al., 2009).

Critérios de correlação da soma das diferenças quadradas (SSD)	Definição
Soma das diferenças quadradas (SSD)	$C_{SSD} = \sum (f_i - g_i)^2$
Soma das diferenças quadradas de média zero (ZSSD)	$C_{ZSSD} = \sum (\bar{f}_i - \bar{g}_i)^2$
Soma das diferenças quadradas normalizada (NSSD)	$C_{NSSD} = \sum \left(\frac{f_i}{\sqrt{\sum f_i^2}} - \frac{g_i}{\sqrt{\sum g_i^2}} \right)^2$
Soma das diferenças quadradas normalizada de média zero (ZNSSD)	$C_{ZNSSD} = \sum \left(\frac{\bar{f}_i}{\sqrt{\sum \bar{f}_i^2}} - \frac{\bar{g}_i}{\sqrt{\sum \bar{g}_i^2}} \right)^2$

Embora os critérios normalizados de média zero sejam mais robustos, sendo capazes de fornecer resultados mais precisos, suas derivadas são mais complexas de implementar e mais demoradas de avaliar, aumentando-se o custo computacional e consequentemente o tempo de processamento. Com isso deve-se sempre atentar a um compromisso entre a precisão desejada e o custo computacional envolvido (Schreier et al., 2000; Sutton et al., 2009). Teoricamente, os três critérios de correlação mais robustos e amplamente usados, isto é, ZNCC, ZNSSD e PSSDab, são equivalentes. Na prática, como o cálculo do coeficiente ZNSSD é relativamente mais fácil que do que o coeficiente ZNCC, o critério ZNSSD é usualmente mais empregado (Pan, 2011).

Tabela 2.4. Critérios de correlação baseados na soma paramétrica das diferenças quadradas (Pan, 2011).

Critérios de correlação da soma paramétrica das diferenças quadradas (PSSD_{ab})		Definição
Soma paramétrica das diferenças quadradas considerando apenas <i>b</i> (PSSD _b)		$C_{PSSD_b} = \sum (f_i + b - g_i)^2$
Soma paramétrica das diferenças quadradas considerando apenas <i>a</i> (PSSD _a)		$C_{PSSD_a} = \sum (af_i - g_i)^2$
Soma paramétrica das diferenças quadradas considerando <i>a</i> e <i>b</i> (PSSD _{ab})		$C_{PSSD_{ab}} = \sum (af_i + b - g_i)^2$

2.2.10. Métodos de interpolação

Antes de se estimar a similaridade entre os *subsets* de referência e deformado, usando os critérios de correlação previamente definidos, a intensidade dos pontos em localizações de subpixel devem ser fornecidas. Com isso algum método de interpolação precisa ser empregado (Pan et al., 2009). A interpolação de valores de intensidade entre localizações de pixel é necessária para aumentar a precisão das medições, permitindo o cálculo de deslocamentos em uma escala de subpixel, e permitir a obtenção de uma expressão analítica para os valores discretos de intensidade, facilitando a implementação de uma posterior rotina de otimização

(Barranger et al., 2010; Bornert et al., 2009; Chu et al., 1985; Reu, 2012c; Sutton et al., 1986).

Como a interpolação é um método de aproximação, pode-se esperar a introdução de erros na metodologia de correspondência empregada (Sutton et al., 2009). Como na maioria dos componentes da CID, a escolha do método de interpolação a ser usado deve ser tomada pelo usuário. A seleção do método de interpolação é importante, uma vez que nem todos os métodos são iguais e a decisão geralmente altera o tempo de computação e a qualidade da interpolação. Uma abordagem clássica à interpolação é o uso de polinômios para a representação dos valores entre as amostras (Sutton et al., 2009). Ao longo dos anos, vários esquemas de interpolação diferentes têm sido propostos, incluindo a interpolação bilinear, bicúbica, B-spline bicúbica, B-spline biquíntupla entre outros (Reu, 2012c).

Esquemas de interpolação de ordem superior são sempre recomendados na análise, pois fornecem resultados com um maior grau de precisão. No entanto, o tempo necessário para a correlação de imagens nesses esquemas é substancialmente maior do que em um esquema de interpolação de ordem inferior (Khoo et al., 2016; Schreier et al., 2000; Sutton et al., 2009).

2.2.11. Características do subset

Os algoritmos empregados na CID, que tem por base o uso de *subsets*, se baseiam na correspondência de áreas fixas dentro da região de interesse. Uma vez que a área especificada é fixa durante o processo de correlação, dois importantes fatores influenciam significativamente na acurácia da correlação. Primeiramente, a distorção geométrica dentro da área correspondente, presente na imagem deformada, precisa ser suficientemente pequena de maneira a não atrapalhar a correspondência entre o padrão granulado. Em segundo lugar, a variação de intensidade dos níveis de cinza dentro da área especificada precisa ser suficientemente grande de forma a prover as características requeridas para a similaridade local entre as diferentes regiões da imagem. A variação dos níveis de cinza pode ser aumentada, aumentando-se o tamanho da área especificada, *subset*. Entretanto, os efeitos da distorção geométrica podem ser minimizados pela escolha de *subsets* menores. Com isso, a dimensão do *subset* a ser especificado, precisa refletir um compromisso entre estes dois fatores, levando a uma precisão de

deslocamento e resolução espacial adequados (Bossuyt, 2013; Crammond et al., 2013; Hung & Voloshin, 2003; Rajan et al., 2012; Yaofeng & Pang, 2007).

Independente do software CID usado, o tamanho do *subset* deve ser manualmente selecionado antes da análise. Visto que o tamanho do *subset* determina diretamente a área do subconjunto que será usado na correspondência entre as imagens, este é um fator crucial de influência sobre a precisão dos deslocamentos medidos (Pan et al., 2008, 2009). O tamanho dos grânulos que compõem o padrão granulado precisa ser compatível com o tamanho do *subset*. Ademais, o tamanho do *subset* deve se adaptar ao tipo de deformação a ser medida (Lecompte et al., 2006).

Através de uma abordagem de engenharia, consegue-se estimar os parâmetros apropriados para a correspondência de imagens no campo bidimensional. Dois preceitos simples constituem a base da abordagem. O primeiro especifica o nível mínimo de sobre-amostragem no plano da imagem para uma correspondência precisa. Como já discutido, para uma correspondência precisa, os grânulos devem ser amostrados em pelo menos uma matriz de 3 por 3 pixels para garantir a sobre-amostragem mínima e a razoável reconstrução do arranjo de intensidade por interpolação. O segundo preceito assinala um número mínimo de grânulos, que compõe o padrão granulado aleatório, que devem estar presentes em um *subpixel* para manter uma precisão razoável no processo de correspondência. Cada *subset* deve conter pelo menos uma matriz de 3 por 3 grânulos para garantir uma precisão razoável e uma isotropia no processo de correspondência do *subpixel*.

Em medições de campos homogêneos, apenas um limite inferior existe para o tamanho de *subset* ideal. O tamanho mínimo ideal então é encontrado de tal forma que os erros aleatórios consigam ser suprimidos. Por outro lado, em medições de campos não homogêneos, além da existência de um limite inferior para o tamanho do *subset*, é possível definir também um limite superior, que é governado pela existência de erros sistemáticos devido à má correspondência entre a função de deslocamento e a verdadeira deformação. Os erros sistemáticos crescem subitamente em medições de campos com alto gradiente de deformação, com isso o equilíbrio da influência dos erros sistemáticos e aleatórios sobre a medição, pode ser encontrado em tamanhos pequenos de *subset* (Bomarito et al., 2017; Pan et al., 2010; Yaofeng & Pang, 2007; Zhan et al., 2016).

Deve-se atentar também que o tamanho do *subset* está estritamente relacionado ao custo computacional. Quanto menor o tamanho do *subset*, maior será o custo computacional e por conseguinte, mais demorado será o processamento (Wattrisse et al., 2000).

3 Polímeros

3.1. Características moleculares

A palavra “polímero” possui sua origem vinculada ao grego *poli* (muitos) e *mero* (unidade de repetição). Com isso, um polímero é uma macromolécula composta por muitas (dezenas de milhares) unidades de repetição, denominadas meros. A matéria-prima para a produção de um polímero é o monômero, isto é, uma molécula com uma única unidade de repetição. Em cada molécula, os átomos estão ligados entre si por ligações interatômicas covalentes (Callister Jr. & Rethwisch, 2013). Por outro lado, as distintas cadeias poliméricas, ou segmentos de uma mesma cadeia, se atraem por forças secundárias fracas, ditas intermoleculares (Figura 3.1) (Bergstrom, 2015; Canevarolo Jr., 2010).

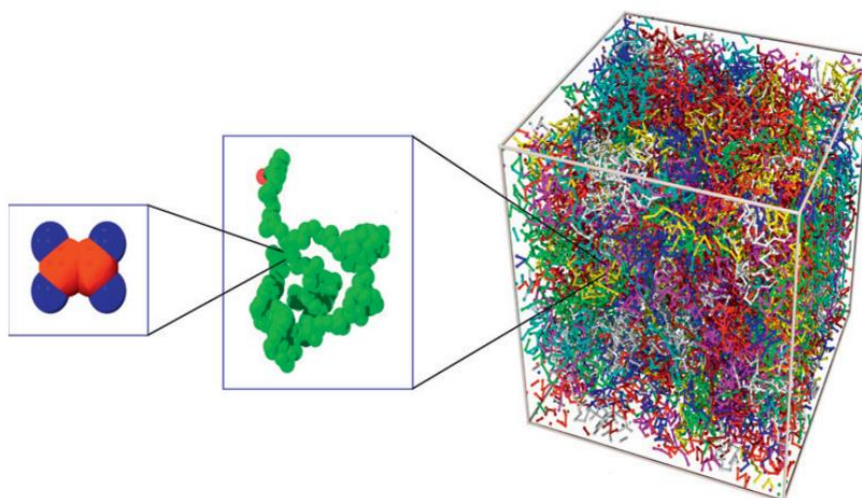


Figura 3.1. Representação esquemática da microestrutura de um material polimérico em diferentes escalas. Na menor escala, os átomos estão organizados em unidades monoméricas. Os monômeros, por sua vez, encontram-se ligados formando cadeias moleculares, que dão origem a uma rede macromolecular (adaptado de Bergstrom (2015)).

As ligações secundárias existem entre virtualmente todos os átomos ou moléculas. Estas podem ser classificadas em dois tipos: ligações de van der Waals e ligação de hidrogênio. As ligações de van der Waals surgem a partir de dipolos

atômicos ou moleculares. A ligação resulta da atração de Coulomb entre a extremidade positiva de um dipolo e a região negativa de um dipolo adjacente. A ligação de hidrogênio constitui um tipo especial de ligação secundária e é encontrada em algumas moléculas que possuem hidrogênio como um dos seus átomos constituintes (Callister Jr. & Rethwisch, 2013). Esta ligação se dá entre átomos de hidrogênio (H) e átomos de elementos altamente eletronegativos, como o oxigênio (O), flúor (F) e nitrogênio (N). Uma vez que seguem as leis de Coulomb, as ligações secundárias diminuem com o aumento da distância entre as moléculas e aumentam com a presença de grupos polares, sobretudo entre moléculas que contenham H, O, F ou N (Canevarolo Jr., 2010).

O entendimento das forças intra e intermoleculares é de significativa importância. As forças intramoleculares covalentes, junto ao arranjo das unidades de repetição, irão definir a estrutura química e o tipo de cadeia polimérica, incluindo sua configuração, influenciando a estabilidade (térmica, química, fotoquímica, entre outras) e a rigidez do polímero. Enquanto as forças intermoleculares fracas irão determinar, majoritariamente, a maior parte das propriedades físicas do polímero, como a temperatura de fusão (T_m), temperatura de transição vítrea (T_g), solubilidade, cristalinidade, permeabilidade, deformação e escoamento. Quanto mais fortes são as forças intermoleculares, maior é a atração entre as cadeias, dificultando todo e qualquer evento que envolva a separação e/ou fluxo de uma cadeia sobre a outra (Callister Jr. & Rethwisch, 2013; Canevarolo Jr., 2010).

As moléculas poliméricas podem ser caracterizadas em termos dos seus tamanhos, formas e estruturas. O tamanho molecular é especificado em termos da massa molar, a forma molecular está relacionada ao grau de torção, enrolamento e dobramento da cadeia. A estrutura molecular depende da maneira na qual as unidades estão unidas umas às outras.

Como ocorre para outros tipos de materiais, as propriedades dos polímeros estão relacionadas de maneira complexa aos elementos estruturais do material. É importante destacar que alguns elementos estruturais não são mutuamente exclusivos, sendo assim necessário o conhecimento de todos na especificação da estrutura molecular e também para um melhor entendimento de suas contribuições nas propriedades finais do material (Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

3.2. Cristalinidade

3.2.1. Características gerais

A cristalinidade nos polímeros pode ser definida como a compactação de cadeias moleculares para produzir um arranjo atômico ordenado. Uma vez que envolvem moléculas, em vez de apenas átomos ou íons, como nos metais e cerâmicos, os arranjos atômicos nos polímeros são mais complexos. Assim, normalmente, as moléculas dos polímeros são apenas parcialmente cristalinas ou semicristalinas, com regiões cristalinas dispersas no material amorfo restante. Qualquer desordem ou falta de alinhamento na cadeia resultará em uma região amorfa, condição bastante comum, uma vez que as torções, dobras e enrolamentos das cadeias impedem a correta ordenação e alinhamento de todos os segmentos das cadeias (Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

O processo de cristalização de polímeros difere dos sólidos cristalinos convencionais, devido à natureza peculiar dos polímeros de se apresentarem na forma de longas cadeias. Os domínios cristalinos resultantes, também conhecidos como cristalitos, são muito menores do que os cristais normais, contêm mais imperfeições e estão interconectados com as regiões amorfas, não havendo uma divisão clara entre as regiões cristalinas e amorfas. Além disso, uma completa transformação para o estado cristalino é impossível, como já dito, uma vez que apenas uma parte da molécula adota a conformação ordenada necessária (Canevarolo Jr., 2010).

3.2.2. Morfologia dos polímeros semicristalinos

Ao contrário do que ocorre nos materiais convencionais, como os metais e cerâmicos, os polímeros semicristalinos apresentam uma hierarquia morfológica deveras complicada. Reconhece-se que no nível microscópico, os polímeros semicristalinos são constituídos de cristais lamelares, semelhantes a fitas, separados uns dos outros por camadas amorfas, sendo todas essas regiões mantidas unidas por cadeias que cruzam a interface cristal-amorfo. Sabe-se também que, apesar de majoritário, o dobramento das cadeias não ocorre de forma perfeitamente regular e o empacotamento molecular na lamela é caracterizado por uma considerável

desordem, primariamente dependente do processo de resfriamento que controla os regimes de cristalização (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

Consequentemente, um número significativo de cadeias deixa o cristal e adentra na camada amorfa adjacente sob diferentes formas, como por exemplo moléculas de ligação, cadeias dobradas de curto ou longo alcance, que podem se emaranhar com outras cadeias presentes na camada amorfa ou também, com frequência, adentrar em uma fase cristalina de novo, o que ocorre com as moléculas de ligação e as cadeias dobradas de curto alcance (Petraccone et al., 1991). Todas essas cadeias que cruzam a interface cristal-amorfo proporcionam uma ligação covalente forte e de proximidade da lamela cristalina com o material amorfo adjacente. É de amplo conhecimento que as propriedades mecânicas são governadas, em grande extensão, pela presença de tais conexões moleculares. Se estas não existissem, os cristalitos seriam unidos por ligações secundárias fracas, como as de van der Waals ou de hidrogênio, e assim deslizariam facilmente uns sobre os outros ou se separariam mediante a aplicação de uma baixa tensão baixa, o que resultaria em uma fragilidade macroscópica do material, o que não se vê, em geral, nos polímeros semicristalinos (Bartczak, 2017; Canevarolo Jr., 2010).

As lamelas cristalinas, separadas por camadas amorfas, geralmente encontram-se dispostas em camadas. Polímeros volumosos que são cristalizados a partir de uma massa fundida exibem, em geral, uma morfologia esferulítica; onde conjuntos de lamelas são dispostos radialmente em agregados policristalinos, chamados de esferulitos. O material amorfo é uniformemente incorporado entre as lamelas, de maneira a compor a cristalinidade da estrutura formada. A fase amorfa também preenche alguns vazios deixados pelos desajustes ocasionais que ocorrem entre as camadas de lamelas, que se propagam seguindo diferentes formas e orientações (Bartczak, 2017; Callister Jr. & Rethwisch, 2013). A Figura 3.2 resume os diferentes níveis hierárquicos descritos da morfologia de um polímero semicristalino, evidenciando as características peculiares das fases cristalina e amorfa.

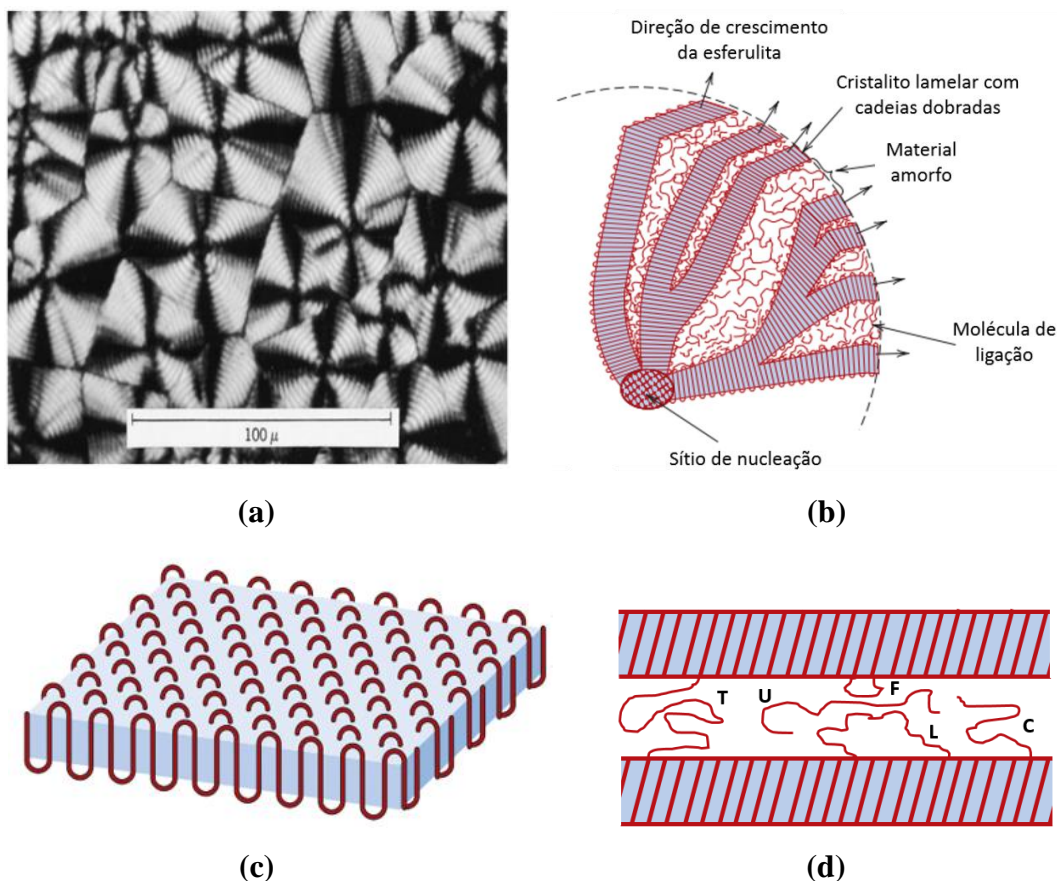


Figura 3.2. Ilustrações da complexa hierarquia morfológica dos polímeros semicristalinos: (a) fotomicrografia de transmissão que mostra a estrutura esferulítica do polietileno (PE), (b) representação esquemática da estrutura detalhada de um esferulito, (c) representação esquemática de uma lamela constituída majoritariamente por cadeias dobradas, e (d) representação esquemática dos diferentes tipos de cadeias interlamerares que encontram-se dispostas na fase amorfa, como moléculas de ligação (*tie molecules* – T), cadeias que se dobras em curto e longo alcance (*tight fold* – F e *loop chains* – L), moléculas soltas (*unattached molecules* – U) e cadeias conectadas a apenas uma das lamelas adjacentes (*cilia* – C) (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013) e Petraccone et al.(1991)).

3.2.3. Fatores que afetam a cristalinidade

A facilidade com que a cristalização ocorre depende da estrutura química, presença de impurezas e condições de cristalização do polímero (Canevarolo Jr., 2010). O grau de cristalinidade de um polímero depende da taxa de resfriamento durante a solidificação. Durante a cristalização, ao se resfriar abaixo da temperatura

de fusão (T_m), as cadeias que são altamente aleatórias e entrelaçadas no líquido viscoso, devem adquirir uma configuração ordenada. Para que isso ocorra, deve ser dado tempo suficiente para que as cadeias se movam e se alinhem umas com as outras (Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

A estrutura química da molécula, assim como a configuração da cadeia, também influenciam na habilidade de cristalização do polímero. A cristalização não é favorecida em polímeros compostos por unidades quimicamente complexas. Por outro lado, a cristalização não é prevenida com facilidade nos polímeros quimicamente simples, mesmo sob taxas de resfriamento muito rápidas. A cristalização é alcançada com facilidade nos polímeros lineares, uma vez que estes apresentam poucas restrições para prevenir o alinhamento das cadeias. A presença excessiva de ramificações pode prevenir por completo a cristalização. Qualquer ramificação lateral pode interferir no processo de cristalização, tal que os polímeros ramificados nunca são altamente cristalinos. A maioria dos polímeros em rede e com ligações cruzadas é quase totalmente amorfa, pois as ligações cruzadas previnem que as cadeias poliméricas se reorganizem e alinhem em uma estrutura cristalina (Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

Em relação a estereoisomeria, os polímeros atáticos encontram dificuldades em se cristalizar, no entanto, os polímeros isotáticos e sindiotáticos possuem facilidade na cristalização. A regularidade da geometria dos grupos laterais facilita o processo de “encaixe” de cadeias adjacentes (Callister Jr. & Rethwisch, 2013). A mesma lógica vale também para os isômeros geométricos, porém considerando o efeito de cristalização sob tração. Polímeros derivados de dienos com isomeria *trans* tendem a apresentar a cadeia polimérica com uma configuração próxima à zig-zag planar, quando a cadeia é estirada. Assim, estes podem, durante a deformação, cristalizar-se sob tração, pois as cadeias podem se empacotar de uma maneira organizada. O mesmo efeito praticamente inexistente para polímeros derivados de dienos com isomeria *cis*, pois não é possível obter-se uma conformação regular. O efeito de cristalização sob tração não é desejável, principalmente nas borrachas, pois pode provocar significativa redução de elasticidade e flexibilidade (Canevarolo Jr., 2010).

Vale ainda destacar mais algumas influências dos grupos laterais. Quanto maiores ou mais volumosos forem os grupos de átomos nas cadeias laterais, menor será a tendência de cristalização. A cristalização pode ser favorecida pela existência

de grupos que promovem fortes ligações intermoleculares secundárias, tais como grupos polares, ou que permitam a formação de pontes de hidrogênio entre as moléculas (Callister Jr. & Rethwisch, 2013; Canevarolo Jr., 2010).

A maioria das propriedades físicas, mecânicas e termodinâmicas dos polímeros semicristalinos depende do grau de cristalinidade e da morfologia das regiões cristalinas. Quanto maior a cristalinidade, mais elevada são as propriedades de densidade, rigidez, estabilidade dimensional, resistência química, resistência à abrasão, temperatura de fusão (T_m) e temperatura de transição vítrea (T_g), entre outras. Por outro lado, reduzem-se as propriedades de resistência ao impacto, ductilidade e claridade óptica, por exemplo (Canevarolo Jr., 2010).

3.3. Mecânica dos polímeros

3.3.1. Visão geral

A mecânica dos polímeros compreende o estudo de como o comportamento mecânico dos polímeros se relaciona com as condições de carregamento externas. Através do seu conhecimento consegue-se entender melhor o comportamento dos polímeros, possibilitando a predição e otimização do desempenho dos produtos finais (Bergstrom, 2015).

O posto ocupado pelos materiais poliméricos dentro da indústria, ao longo das últimas décadas, tem-se gradualmente transformado. Os polímeros vem deixando de serem vistos apenas como materiais de uso geral, com baixo custo e de baixa tecnologia, para materiais de engenharia, confiáveis e avançados. Uma das forças motrizes dessa transformação é o melhor entendimento do comportamento desses materiais e de como seus componentes devem ser projetados. Um maior conhecimento sobre a mecânica dos polímeros abre caminho para o aprimoramento e a descoberta de novas potencialidades de uso (Bergstrom, 2015; Ward & Sweeney, 2013).

Projetar novos componentes e produtos empregando-se polímeros requer um conhecimento específico sobre o comportamento mecânico. Esse conhecimento se torna fundamental, uma vez que o comportamento apresentado pelos polímeros é muito diferente, por exemplo, daquele já imensamente conhecido, dos metais tradicionais de engenharia (Bergstrom, 2015).

3.3.2. Comportamento tensão-deformação

As propriedades mecânicas dos polímeros são especificadas por muito dos mesmos parâmetros que são usados para os metais, isto é, módulo de elasticidade, limite de escoamento e limite de resistência à tração. Existem vários tipos de ensaios para caracterizar as propriedades mecânicas dos polímeros. Eles podem ser estáticos ou dinâmicos, destrutivos ou não destrutivos, de curta ou longa duração (Canevarolo Jr., 2010). Dentre esses, o ensaio de tração têm sido largamente empregado. No geral, os dados experimentais colhidos de carga-alongamento são somente transformados em curvas tensão-deformação de engenharia pela divisão da carga e do alongamento pela área de seção transversal e comprimento útil iniciais do corpo de prova, respectivamente. Embora não sejam capazes de descrever fielmente o comportamento do material quanto à deformação e carregamento imposto, as curvas de engenharia levantadas são interessantes do ponto de vista prático (Duffo et al., 1995).

As características mecânicas dos polímeros, em sua maioria, são demasiadamente sensíveis à taxa de deformação, à temperatura e à natureza química do ambiente (Callister Jr. & Rethwisch, 2013). É difícil classificar os polímeros em um tipo específico de material, tal como um sólido vítreo ou um líquido viscoso, uma vez que suas propriedades mecânicas são intimamente dependentes das condições do ensaio. Dependendo da taxa de deformação e temperatura empregados, por exemplo, um polímero pode apresentar características de um sólido vítreo frágil, de uma borracha elástica dútil ou até mesmo de um líquido totalmente viscoso (Ward & Sweeney, 2013). A taxa de deformação apresenta influência inversa a da temperatura nas características tensão-deformação de um polímero. Enquanto que com um aumento da temperatura tem-se um material mais dútil, incrementando-se a taxa de deformação o polímero torna-se geralmente mais frágil (Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

Comumente, são encontrados três tipos de comportamento tensão-deformação para os polímeros, como mostrado na Figura 3.3. Para baixas temperaturas ou altas taxas de deformação, a curva tensão-deformação reflete o comportamento de um polímero frágil, curva A, com baixa deformação e elevada resistência mecânica, assemelhando-se a um sólido vítreo. Para temperaturas ou taxas de deformação intermediárias, o comportamento exibido pelo material é

semelhante ao de muitos materiais metálicos, curva B; a deformação inicial é elástica, seguida por escoamento e uma região de deformação plástica, retratando um desempenho intermediário entre um sólido vítreo e uma borracha totalmente elástica. Enquanto que para altas temperaturas ou baixas taxas de deformação, a deformação exibida pela curva é majoritariamente elástica, curva C, suportando o material elevada deformação, típica de elastômeros (Callister Jr. & Rethwisch, 2013; Ward & Sweeney, 2013).

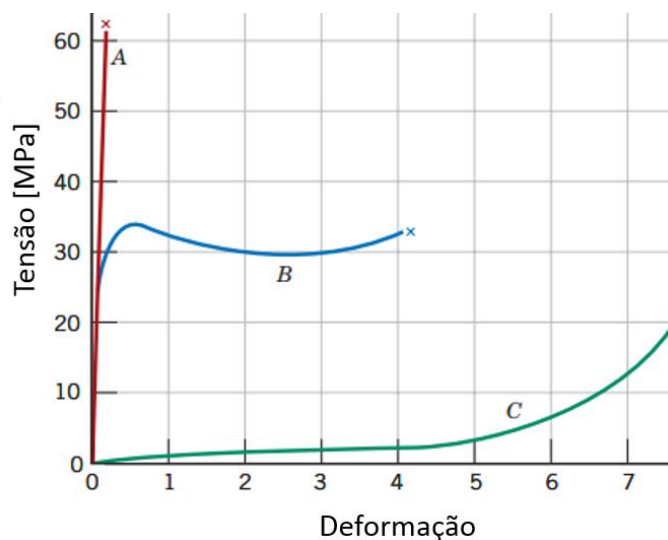


Figura 3.3. Comportamento tensão-deformação de polímeros frágil (curva A), plástico (curva B) e elastômeros (curva C) (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013)).

As temperaturas de transição vítrea (T_g) e de fusão (T_m) são tipicamente usadas para descrever as transições de comportamento conforme a variação da temperatura, tendo o polímero um comportamento de sólido vítreo para temperaturas abaixo da T_g e T_m , um comportamento intermediário entre sólido vítreo e material borrachoso para temperaturas próximas a T_g e abaixo da T_m , um comportamento de material borrachoso, majoritariamente elástico, para temperaturas acima da T_g e abaixo da T_m , e um comportamento de líquido viscoso, para temperaturas acima de T_g e de T_m (Callister Jr. & Rethwisch, 2013; Canevarolo Jr., 2010; Ward & Sweeney, 2013).

3.3.3. Mecanismos de deformação

Devido a estrutura multinível e hierárquica dos polímeros semicristalinos, sua deformação ocorre como um processo complexo. Com isso, uma descrição quantitativa completa do comportamento mecânico dos polímeros semicristalinos requer diferentes abordagens em distintos níveis de escala de sua estrutura: micro, meso e macroscópico. Na escala microscópica, os micromecanismos básicos de deformação inerentes a cada uma das fases, cristalina e amorfa, são considerados. No nível mesoscópico, grupos moleculares maiores tornam-se objeto de estudo, incluindo-se a flexão, rotação, translação e fragmentação, ou outros rearranjos estruturais dos conjuntos de lamelas e deformação dos esferulitos. A interpretação física dos resultados obtidos no experimento macroscópico (tensão-deformação-taxa de deformação) é realmente impossível sem a consideração do estudo da deformação nos outros níveis de menor escala (Bartczak & Galeski, 2010).

Os mecanismos de deformação são diferentes nos distintos elementos que constituem a estrutura polimérica e, além disso, dependem não somente do tamanho e da orientação em relação a direção da aplicação do carregamento, mas também das conexões mútuas existentes com elementos de outras fases adjacentes. Diversos micromecanismos de deformação podem atuar em conjunto ou competindo uns com os outros em tais elementos, afetando assim severamente a resposta de cada um (Bartczak, 2017).

Devido a evolução estrutural e morfológica induzida pela deformação, o processo de deformação nos polímeros semicristalinos consiste de múltiplos estágios, envolvendo diversos micromecanismos, sendo muitos desses identificados como similares a já conhecidos mecanismos de deformação de materiais não poliméricos. Entretanto, os processos que ocorrem nos polímeros semicristalinos não são idênticos aos processos que ocorrem nas estruturas não poliméricas. Muitas características peculiares da deformação nos polímeros dependem fortemente de sua natureza macromolecular. Uma das mais importantes consequências dessa natureza intrínseca é que ambas as fases, cristalina e amorfa, como visto anteriormente, coexistem nos polímeros semicristalinos e estão intimamente conectadas por ligações covalentes fortes, resultantes de uma grande quantidade de cadeias que cruzam a interface. Como resultado dessa forte ligação entre as fases, lamela e camada amorfa adjacentes podem apenas se deformar

simultaneamente, mantendo assim a continuidade do material. Essa condição induz, por sua vez, restrições adicionais fortes quanto à deformação em cada fase. Com isso, a influência mútua dos componentes de deformação que ocorrem em cada fase não pode ser negligenciada (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

Um reflexo dessa dependência mútua entre as fases pode ser evidenciado em um nível estrutural básico, como nas lamelas cristalinas, em que os mecanismos cristalográficos, como deslizamento cristalográfico, formação de maclas ou transformação de fase induzidas por tensão, ativos na fase cristalina, são suportados por mecanismos, como cisalhamento interlamelar, separação lamelar e rotação do conjunto de lamelas, operantes na fase amorfa. Todos esses mecanismos podem ser acionados durante o complexo processo de deformação, podendo ainda serem iniciados ou terminados em diferentes deformações (Bartczak, 2017).

Ao longo das últimas décadas um grande número de pesquisas tem sido dedicado ao estudo da deformação nos polímeros semicristalinos e um significativo progresso já foi obtido mediante um melhor entendimento do processo. Devido à complexidade estrutural e morfológica dos polímeros semicristalinos, diversos modelos têm sido desenvolvidos e propostos para descrever a sequência completa da deformação nesses materiais (Bartczak, 2017; Oleinik et al., 2007). Três desses têm sido amplamente discutidos e usados até o presente: (i) modelo do “microempescoamento” (“*micronecking*” model) (Peterlin, 1971, 1977), (ii) modelo da fusão-recristalização (*melting-recrystallization model*) (Flory & Yoon, 1978; Gent & Madan, 1989) e (iii) modelo cristalográfico (*crystallographic model*) (Bowden & Young, 1974; Lin & Argon, 1994; Séguéla, 2007).

O modelo da fusão-recristalização baseia-se no conceito de que o escoamento e a deformação plástica ocorrem através da fusão parcial de cristalitos. Sabe-se que a estrutura inicial dos polímeros semicristalinos sofre transformações significativas como resultado da deformação. A observação comumente relatada de que o longo período fibrilar de diversos polímeros semicristalinos, estirados plasticamente além do limite de escoamento, dependia apenas da temperatura de estiramento (Popli & Mandelkern, 1987), levou alguns autores a supor que a fase cristalina devia sofrer uma fusão induzida pela tensão, quando essa chegava ao limite crítico do escoamento, e subsequentemente recrystalizar-se durante o processo de estiramento, o que levava a uma morfologia e orientação polimérica completamente novas devido aos cristalitos recém-formados com cadeias ao longo da direção da

deformação máxima. A recristalização do material fundido e o aparecimento de uma orientação preferencial das cadeias reduzem o nível de tensão local, sendo esta, supostamente, a força motriz termodinâmica do processo de plasticidade.

O conceito da fusão-recristalização dos polímeros, primeiramente formulado por Flory & Yoon (1978), mais na intuição do que de fatos experimentais, é regulamente tomado como afirmação da realidade do fenômeno do escoamento. No entanto, a abordagem como um todo e sua idéia básica evocam sérias críticas (Gaucher-Miri et al., 1997; Gaucher-Miri & Séguéla, 1997). O argumento mais forte a favor do modelo é a diminuição da proporção de cadeias longas como resultado do alongamento (recristalização). Entretanto, os argumentos não são convincentes, pois comparando-se com o modelo cristalográfico, baseado em outros princípios físicos, tem-se um número suficientemente extenso de razões para a diminuição do cristalito como resultado da deformação plástica. Por exemplo, diminuição dos cristalitos devido ao deslizamento cristalográfico, perda de estabilidade termodinâmica em cristalitos finos e fratura de lamelas em blocos menores. Outra falha séria do modelo de fusão-recristalização é a falta de explicação do processo de escoamento, mesmo que semiquantitativamente (Popli & Mandelkern, 1987).

Apesar de extensas críticas, o modelo proposto por Peterlin (1971, 1977), apelidado de “microempescoçamento”, ainda possui um status especial e continua sendo um dos mais populares. Neste modelo, o escoamento plástico é atribuído ao cisalhamento das lamelas cristalinas, seguido, instantaneamente, por suas fragmentações em blocos de cristal menores, como representado na Figura 3.4. O modelo assume que a transformação dos grupos lamelares em fibrilas, durante o estiramento da estrutura esferulítica isotrópica inicial, prossegue através da formação de diversos “microempescoçamentos”, que se originam ao redor de microtrincas e aparecem nas lamelas durante a deformação. Nesse processo, blocos de cadeias dobradas separam-se da lamela, giram seguindo o eixo da cadeia na direção do alongamento e, então, incorporam-se às microfibrilas. As fibrilas resultantes consistem de regiões cristalinas e amorfas alternadas. A condição necessária para o “microempescoçamento” é a cavitação, uma vez que as cavidades, que emergem na amostra alongada, possibilitam a remoção das restrições mecânicas de rotação do bloco. Apenas as cavitações proporcionam uma

transformação adicional de blocos destacados das lamelas em fibrilas (Bartczak & Galeski, 2010).

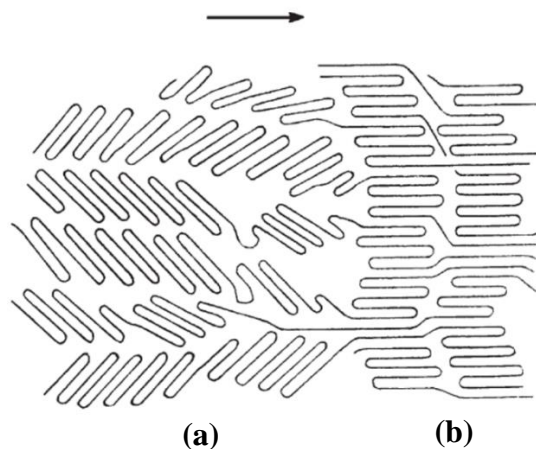


Figura 3.4. Modelo do “microempescoçamento” proposto por Peterlin para a transformação das (a) lamelas para uma morfologia (b) fibrilar devido ao estiramento de um polímero semicristalino (Bartczak & Galeski, 2010).

Entretanto, como já foi demonstrado na literatura, a cavitação, estágio chave no modelo de Peterlin, não se faz necessária em outros modos de deformação além da tração (Bartczak, 2005; Lin & Argon, 1994). Transformações morfológicas da estrutura isotrópica inicial em microfibrilas, durante a deformação plástica, ocorrem sem a formação de qualquer cavidade ou microvazios para o regime de tensão plana ou compressão uniaxial. Nestes modos isentos de cavidades, a plasticidade das lamelas continua se desenvolvendo de acordo com os mecanismos cristalográficos, principalmente, através do deslizamento cristalográfico. Uma repetição múltipla e a combinação de vários modos de deslizamento conduzem a uma transformação completa da morfologia inicial do polímero em uma nova estrutura altamente orientada e de alta periodicidade, sem a necessidade de fusão do cristal ou da existência de cavitações. Os cristalitos iniciais passam por uma série de transformações cristalográficas contínuas até atingir a morfologia final (Bartczak, 2005; Lin & Argon, 1994).

Tudo isso implica que o modelo do “microempescoçamento” deveria ser revisado (Oleinik et al., 2007). Este é capaz de descrever o processo de deformação sob tensão, porém falha completamente quando outros modos de deformação são levados em conta. Por outro lado, a abordagem cristalográfica pode explicar a sequência completa de deformação em qualquer modo de deformação, sem invocar

nenhum evento catastrófico, como “microempescoamento” ou transformação por fusão-recristalização. Devido a robustez do modelo cristalográfico, as seções a seguir descrevem os mecanismos de deformação associados as fases cristalina e amorfa descritos pelo modelo cristalográfico e, ao final, relaciona-os a deformação macroscópica observada, comumente, para os polímeros semicristalinos.

3.3.3.1. Deformação dos cristais poliméricos

Em geral, a deformação dos cristais poliméricos, assim como a deformação de cristais em outros materiais, é de natureza cristalográfica e com frequência procede sem a destruição da ordem cristalina (Bowden & Young, 1974; Lin & Argon, 1994). A única exceção a essa regra se dá para altas deformações de tração, onde a cavitação e o aparecimento de vazios podem levar a um completo rearranjo molecular da morfologia lamelar, composta predominantemente de cadeias dobradas, a uma microestrutura microfibrilar formada por um número significativo de cadeias desdobradas (Bartczak, 2017).

Os cristais poliméricos podem se deformar por deslizamento cristalográfico, formação de maclas ou transformação induzidas por tensão (martensítica). Dentre esses mecanismos o deslizamento cristalográfico é o mais importante, uma vez que é capaz de acomodar maiores deformações plásticas do que os outros mecanismos. O deslizamento cristalográfico consiste no deslizamento de blocos de cristal uns sobre os outros ao longo de um plano cristalográfico (plano de deslizamento) e direção (direção de deslizamento) definidos. Os deslizamentos não são processos que ocorrem concomitantemente em todo o plano cristalográfico. Eles são produzidos pelo deslizamento de um defeito linear ou discordância ao longo do plano de deslizamento. Discordâncias em hélice e em aresta desempenham um grande papel na ativação e propagação dos deslizamentos nos polímeros (Bartczak & Galeski, 2010; Callister Jr. & Rethwisch, 2013).

O processo de deslizamento cristalográfico demonstra diversas características peculiares nos polímeros, que refletem sua estrutura macromolecular. Uma das maiores peculiaridades é a restrição imposta pela estrutura formada por cadeias dos polímeros para a escolha dos planos de deslizamento. Como os processos cristalográficos não podem levar a ruptura de cadeias e a simetria da rede precisa continuar intacta, o deslizamento de discordâncias só se torna possível ao longo de

planos paralelos ao eixo das cadeias. Com isso, para os cristais poliméricos, o deslizamento, tipicamente ocorre, ao longo da cadeia ou transversal a esta, ambos no mesmo plano que contém o eixo da cadeia (Bartczak & Galeski, 2010).

Como os cristais poliméricos exibem, geralmente, uma estrutura composta por cadeias dobradas, essas dobras impõem outra limitação ao desenvolvimento do processo de deformação cristalográfica, pois as dobras não devem ser destruídas durante a deformação (Bartczak & Galeski, 2010). Por esta razão, o deslizamento é preferível em planos contendo cadeias dobradas. O deslizamento nas lamelas pode ocorrer de duas maneiras distintas, na forma (i) de deslizamento fino (*fine slip*), homogêneo, ou (ii) grosseiro (*coarse slip*), heterogêneo e em blocos (Bowden & Young, 1974; Lin & Argon, 1994). No deslizamento fino, o deslocamento em um ou mais vetores da rede ocorre praticamente em todos os planos de deslizamento do cristal, como mostrado na Figura 3.5a. Este tipo de deslizamento leva a uma mudança no ângulo entre a cadeia e a normal à superfície lamelar, ou seja, impõe uma gradual mudança da inclinação das cadeias no cristalito com o avanço da deformação. Consequentemente, as lamelas tornam-se progressivamente mais finas, à medida que o deslizamento fino homogêneo se propaga.

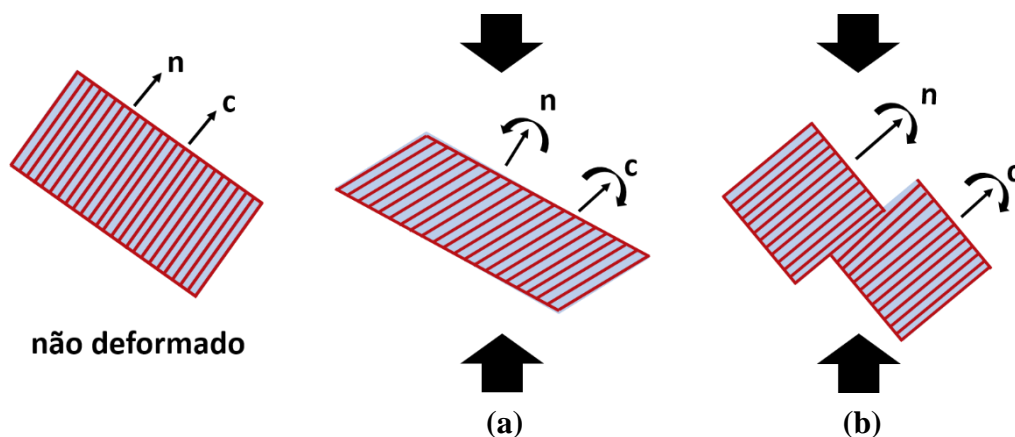


Figura 3.5. Rotações no eixo das cadeias, vetor c , e na normal à superfície da lamela, vetor n , produzidas pelo (a) deslizamento fino e (b) deslizamento grosseiro das cadeias.

No caso do deslizamento grosseiro, deslocamentos cisalhantes significativos aparecem apenas ao longo de poucos planos cristalinos adjacentes, de modo que o deslizamento se assemelha ao deslizamento de um bloco de cristal sobre o outro (Figura 3.5b). O deslizamento grosseiro resulta da nucleação heterogênea de discordâncias, causada, por exemplo, por defeitos já presentes na lamela ou por

concentrações locais de tensão que aparecem na face da lamela. Em geral, o deslizamento grosseiro ocorre em lamelas com alta incidência de defeitos ou que possuem já uma subestrutura de bloco. Este frequentemente está presente nos estágios finais da deformação, quando os cristais já se encontram com uma espessura suficientemente reduzida, devido ao deslizamento fino avançado, e se tornam, assim, propensos a instabilidades, enquanto que a concentração de tensão pode surgir do estriamento das moléculas de ligação (Galeski et al., 1992).

A plasticidade dos cristais poliméricos, assim como de quaisquer outros cristais, deve satisfazer diversas condições. Sabe-se que são necessários cinco sistemas de deslizamento independentes para uma deformação plástica em um cristal de qualquer orientação (Parks, 1990). Entretanto, as limitações devido à natureza covalente das ligações entre as cadeias e à baixa simetria usual dos cristais poliméricos fornecem, em geral, até três sistemas de deslizamento independentes (Galeski et al., 1992; Oleinik et al., 2007). Isso implica que a deformação não pode ser totalmente acomodada. Este “déficit” de sistemas de deslizamento acessíveis pode resultar na violação da integridade e nucleação de microtrincas. Consequentemente, os monocristais poliméricos são frágeis. Entretanto, dois sistemas adicionais de deslizamento, que são necessários para a acomodação completa da deformação, podem ser fornecidos pelas camadas amorfas, que separam os cristais lamelares nos polímeros semicristalinos. O cisalhamento interlamelar, no plano aproximadamente perpendicular ao eixo da cadeia, efetivamente substitui os sistemas de deslizamento faltantes nos cristais poliméricos. Com isso, a acomodação completa da deformação plástica é possível em polímeros semicristalinos, que de fato, são altamente dúcteis (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

3.3.3.2. Deformação da fase amorfa

O parâmetro chave estrutural da fase amorfa é a topologia das cadeias, resultante de emaranhamentos mútuos de macromoléculas e suas reticulações químicas ou físicas permanentes. O emaranhamento das cadeias e reticulados produzem nas camadas amorfas uma rede macroscopicamente contínua, quase isotrópica, que tende a responder de maneira semelhante a um material completamente amorfo e, assim, exhibe propriedades semelhantes à da borracha com

extensibilidade finita, limitada pelo comprimento dos segmentos retidos entre os nós da rede, principalmente ao comprimento das moléculas de ligação, relativamente curtas, que ligam os cristais adjacentes através da camada amorfa intermediária. O avanço da deformação resulta no alongamento e orientação dos segmentos da rede, o que aumenta significativamente a tensão local, particularmente ao se aproximar do limite de deformação (Bartczak, 2017).

Devido ao grande comprimento e largura das lamelas, assim como à forte conectividade que existe entre as fases, a deformação da camada amorfa é significativamente restringida pela condição de integridade da interface cristalina, o que força uma deformação cooperativa com as lamelas adjacentes. Portanto a topologia da rede molecular das camadas amorfas influencia profundamente o processo de deformação, não só da fase amorfa, mas também da fase cristalina.

Três mecanismos principais de deformação do material amorfo em polímeros semicristalinos são reconhecidos: (i) deslizamento (cisalhamento) interlamelar, (ii) separação interlamelar e (iii) rotação do conjunto de lamelas (Bowden & Young, 1974). O deslizamento interlamelar envolve o deslizamento de lamelas paralelas umas às outras com a camada amorfa sofrendo cisalhamento simples (Figura 3.6a). É um mecanismo facilmente encontrado em materiais acima da temperatura de transição vítrea (T_g) (Bartczak & Galeski, 2010; Lin & Argon, 1994). O cisalhamento interlamelar apresenta alta reversibilidade devido ao comportamento borrachoso da fase amorfa, podendo ser a parte recuperável da deformação, quase inteiramente, atribuída à reversibilidade deste (Bartczak, 2005).

A separação interlamelar é induzida pelo componente da tensão de tração perpendicular à face da lamela. A separação leva ao espessamento das camadas intercristalinas e ao aumento do comprimento das cadeias ao longo da direção de tração (Figura 3.6b). Este mecanismo de deformação é bastante difícil de ocorrer, uma vez que uma mudança na distância das lamelas deve ser acompanhada por uma contração transversal da camada interlamelar amorfa, que é, no entanto, dificultada por fortes restrições laterais impostas por lamelas cristalinas adjacentes, de modo que a deformação, ao final, deve envolver uma mudança no volume. Contudo, pode-se esperar que a fase amorfa, similarmente a outras borrachas que demonstram um elevado módulo volumétrico e baixo módulo de cisalhamento, seja bastante resistente a variação de volume. Esse mecanismo é frequentemente a fonte de

cavitações nas camadas amorfas, que se encontram entre as lamelas cristalinas, em resposta a tensão de tração aplicada (Pawlak et al., 2014).

Em alguns locais da estrutura, conjuntos de lamelas encontram-se inseridos na matriz amorfa. Tais conjuntos podem ser facilmente girados como um corpo rígido sob a ação da tensão (Figura 3.6c). A rotação do conjunto de lamelas é geralmente um processo de deformação secundário, já que a rotação sozinha não leva a nenhum aumento da deformação, embora possa cooperar na acomodação da deformação ao agir simultaneamente com outros mecanismos (Bartczak, 2017).

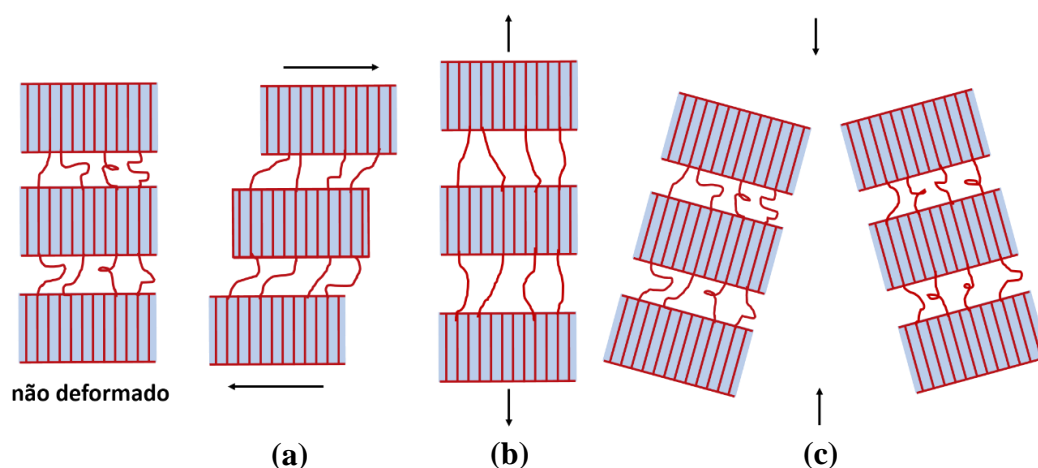


Figura 3.6. Modos de deformação da fase amorfa: (a) deslizamento (cisalhamento) interlamelar, (b) separação interlamelar e (c) rotação do conjunto de lamelas.

3.3.3.3. Deformação dos polímeros semicristalinos

Os polímeros exibem diversos atributos específicos quanto ao comportamento mecânico, principalmente em relação a plasticidade. O comportamento macroscópico, típico em tração, de um polímero semicristalino dúctil pode ser dividido em 4 etapas: (i) deformação elástica, (ii) escoamento, (iii) estiramento constante e (iv) encruamento (Figura 3.7) (Strobl, 2007).

Inicialmente, o corpo de prova alonga-se elasticamente, seguindo a lei de Hooke, deformando-se homogeneamente ao longo de toda a seção útil (Haward & Thackray, 1968). A tensão cresce praticamente linear ao aumento da deformação seguindo o regime elástico (G'Sell & Jonas, 1981). A deformação homogênea persiste até o escoamento, onde o corpo de prova começa a sofrer estricção, ou seja, parte da seção útil começa a escoar de maneira independente de todo o resto,

apresentando uma redução de área de seção transversal localizada, formando-se assim um “pescoço”. Com a continuidade do alongamento, o pescoço que era incipiente, desenvolve-se, promovendo uma redução significativa da área de seção transversal, acometendo uma região bem definida. A redução localizada da seção transversal faz com que a tensão de engenharia caía com o aumento da deformação, uma vez que a área de seção transversal é reduzida drasticamente (G'sell et al., 1983; Haward & Thackray, 1968). Uma máxima redução é alcançada e, então, a estricção começa a crescer ao longo de todo o comprimento útil, dando lugar a um estiramento da amostra. A tensão requerida para a propagação do pescoço é essencialmente invariante, resultando em um “plateau” na curva tensão-deformação (Andrews & Ward, 1970). A propagação do pescoço continua até que todo o comprimento útil é envolvido. Subsequentemente, toda a seção útil volta a se deformar de maneira homogênea, com um alongamento uniforme, refletindo os efeitos de encruamento, com aumento crescente da tensão com o aumento da deformação, até a ruptura do corpo de prova (Lemaitre, 2001; Peacock, 2000).

Enquanto que a deformação macroscópica dos polímeros semicristalinos pode ser dividida em quatro grandes etapas, para um melhor entendimento dos fenômenos envolvidos, a deformação microscópica associada é geralmente segmentada em cinco estágios (Figura 3.8). Como ocorre em outros tipos de materiais, o regime elástico nos materiais poliméricos ocorre para níveis de tensão relativamente baixos da curva tensão-deformação. De um modo geral a deformação elástica não imprime grande mudança microscópica nem macroscópica na estrutura dos polímeros semicristalinos, uma vez que pode ser associada a diminuta extensão das ligações intramoleculares, sendo sua estrutura resultante o ponto de partida para os estágios de deformação plástica (Figura 3.8a).

No carregamento da amostra, logo após o término da deformação elástica, alguns rearranjos plásticos da fase amorfa no nível microscópico envolvem-se no processo de deformação. Quando a deformação se processa acima da T_g , as camadas interlamelares amorfas apresentam um comportamento semelhante a borracha; sendo, assim, as regiões de maior compliância, deformando-se por cisalhamento a tensões externas bastante baixas, precocemente a qualquer cristalino, estágio 1 (Figura 3.8b) (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010; Lemaitre, 2001).

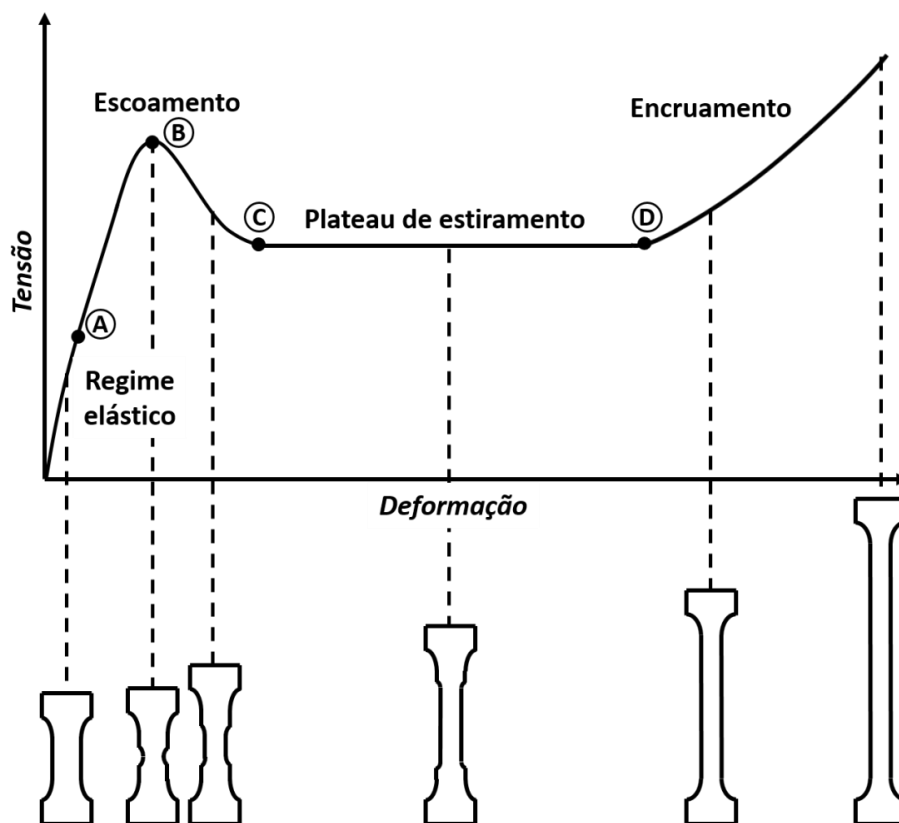


Figura 3.7. Representação esquemática da curva tensão-deformação e comportamento macroscópico mecânico típico apresentado pelos polímeros semicristalinos próximo a T_g .

No entanto, esse caminho fácil da deformação, sem restrições, esgota-se rapidamente à medida que numerosos segmentos de cadeias, que perpassam através da interface e ligam ambas as fases, são esticados. Isso impõe uma resposta cooperativa entre as fases, levando as lamelas cristalinas a começarem a se deformar através de seus mecanismos específicos e limitando a deformação do material já em baixas deformações. As tensões transferidas para a fase cristalina aumentam com a deformação local e logo atingem um nível alto suficiente para desencadear o deslizamento cristalográfico, estágio 2 (Figura 3.8c).

A partir deste ponto, a deformação plástica dos cristalitos assume o controle da cinética da deformação, enquanto as camadas amorfas simplesmente seguem e se ajustam à deformação do componente cristalino, estágio 3. Todo o processo de deformação então é reduzido à deformação combinada simultânea de ambos os componentes. Embora a principal função desempenhada pelas camadas amorfas nesse estágio seja de transferir a tensão para e entre os cristalitos, o deslizamento

interlamelar promovido pelas camadas amorfas suporta significativamente a deformação dos cristais lamelares. Este substitui os sistemas de deslizamento independentes faltantes nos planos que interceptam a direção das cadeias nos cristais e, assim, permite que a amostra acomode totalmente a deformação do cristal, isto é, ajuste-se a uma nova forma. A ação cooperativa do deslizamento cristalográfico nos cristais e deslizamento interlamelar nas camadas amorfas leva ao desenvolvimento gradual de uma orientação global, que é vista tanto nas lamelas quanto nas moléculas presentes nas camadas amorfas (Figura 3.8d). Este mecanismo domina a mecânica da deformação até a quebra dos cristalitos (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

A “administração” da deformação pela fase cristalina mantém-se, enquanto a tensão, continuamente crescente na fase amorfa cisalhada, permanece abaixo da tensão relacionada à deformação dos cristalitos. Quando, devido ao alongamento da rede molecular, o componente de tensão da fase amorfa excede o nível do componente cristalino, o processo de deformação torna-se controlado pela fase amorfa em deformação. Esta transição coincide frequentemente com a ruptura de cristalitos, estágio 4 (Figura 3.8e) (Andrews & Ward, 1970; Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

Em determinado ponto a deformação da fase amorfa exaure-se e “trava-se” devido ao alto estiramento da rede, acompanhado por um estiramento derradeiro das moléculas de amarração, o que resulta em um aumento elevado da resistência a deformação e acúmulo substancial de tensão, estágio 5. Estas cadeias da rede, que se encontram imobilizadas na interface, ao adentrar o cristal, geram concentrações de tensão na superfície das lamelas. Enquanto as lamelas já são significativamente reduzidas em espessura pelo avanço do deslizamento cristalográfico, tais concentrações de tensão presentes na superfície juntamente com possíveis instabilidades (defeitos), devido à espessura irregular da lamela por exemplo, levam à uma localização de deslizamento. Isso induz a uma redução de espessura local abrupta e, conseqüentemente, uma fragmentação em massa das lamelas em blocos menores (Figura 3.8f) (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010; Lemaitre, 2001).

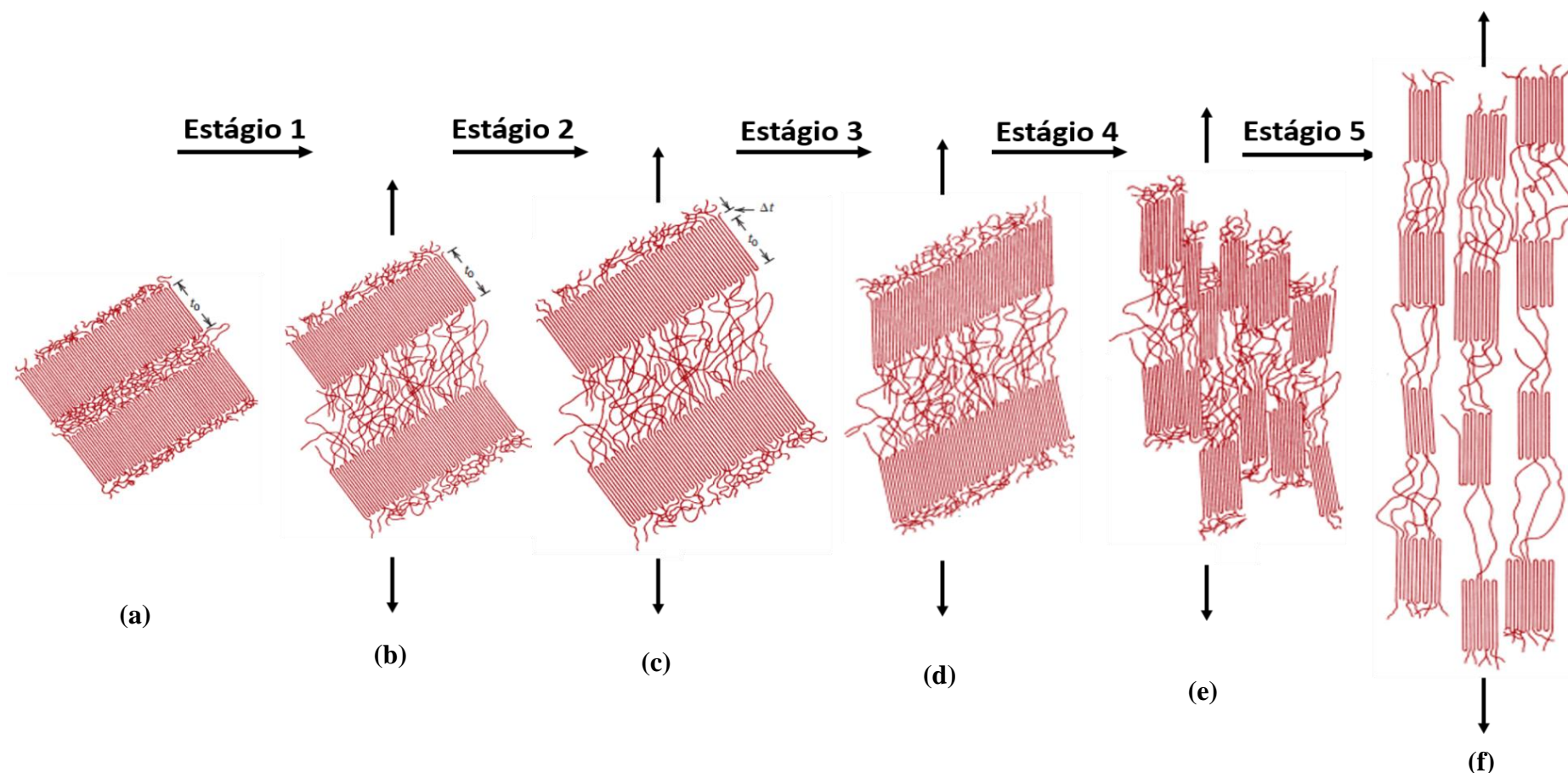


Figura 3.8. Representação esquemática dos estágios de deformação de um polímero semicristalino. (a) Estrutura inicial anterior a deformação plástica, presença de duas lamelas adjacentes com cadeias dobradas e material amorfo interlamelar; (b) alongamento das cadeias de ligação amorfas, deformação predominantemente do material amorfo por deslizamento e separação interlamelar; (c) resposta simultânea de ambas as fases ao aumento da deformação, desencadeamento do deslizamento cristalográfico nas lamelas cristalinas, (d) desenvolvimento de uma orientação global preferencial fruto de uma ação cooperativa do deslizamento cristalográfico nos cristais e do deslizamento interlamelar nas camadas amorfas; (e) extensão da rede molecular e ruptura de cristalitos; e (f) fragmentação em massa das lamelas em blocos menores, estrutura predominantemente microfibrilar (adaptado de Callister Jr. & Rethwisch (2013)).

É importante ressaltar que em baixas deformações, o processo de deformação é governado pela fase cristalina, enquanto que as camadas amorfas meramente se ajustam aos cristais deformados e substituem os sistemas de deslizamento faltantes, o que ajuda a acomodação completa da deformação plástica. Nos estágios mais avançados da deformação, incluindo o encruamento, o controle é tomado, todavia, pela fase amorfa, devido a tensão fortemente crescente na rede molecular. Essa tensão depende da densidade da rede, que por sua vez, é controlada pela topologia da fase amorfa, incluindo a presença de cadeias emaranhadas e ancoradas sob a interface, fornecendo ligações cruzadas físicas (Bartczak, 2017).

Diante do comportamento macroscópico e os micromecanismos básicos de deformação destacados para um polímero semicristalino, pode-se efetuar uma ponte entre a resposta mecânica obtida na curva tensão-deformação e o processo de deformação microscópico que transcorre no material. Valem ser destacados quatro pontos chaves na curva tensão-deformação, correspondentes a mudanças macroscópicas e microscópicas no material (Figuras 3.7 e 3.8) (Bartczak, 2017; Bartczak & Galeski, 2010).

O ponto A corresponde ao final do intervalo elástico proporcional e início do deslizamento inter e intralamelar isolados. O ponto B apresenta uma mistura de eventos de deslizamento locais em uma atividade coletiva generalizada de deslizamento cristalográfico e cisalhamento interlamelar, sendo o limite de escoamento macroscópico atingido. O ponto C apresenta a exaustão e o bloqueio temporário do cisalhamento nas camadas amorfas devido ao alongamento completo das moléculas de ligação, que causa a geração de concentração de tensão nas lamelas, resultando em deslizamentos localizados e na flexão, dobra ou até mesmo uma fragmentação limitada da fase cristalina. Isso libera parcialmente as restrições impostas à fase amorfa e reduz sua resistência à deformação, permitindo que a deformação continue ao longo do caminho mais fácil de deformação e a uma tensão relativamente mais baixa, refletindo em um estriamento constante. E o ponto D ilustra o segundo cisalhamento das cadeias amorfas devido a quase total extensão da rede molecular, que corresponde ao início do encruamento. O aumento da tensão leva a uma fragmentação em massa dos cristais lamelares, transformando-os em pequenos blocos, devido ao severo deslizamento localizado nas lamelas. O endurecimento observado macroscopicamente em um polímero semicristalino está relacionado ao endurecimento devido principalmente a orientação da fase amorfa

e, em menor grau, a reorientação dos cristais devido ao deslizamento do cristal nos estágios posteriores do processo (Bartczak, 2005; Bartczak & Galeski, 2010; Hiss et al., 1999).

3.4. Desempenho mecânico dos termoplásticos

Quanto ao desempenho do polímero usado em um item ou peça, os termoplásticos podem ser classificados em: (i) termoplásticos convencionais (*commodities*), (ii) termoplásticos especiais, (iii) termoplásticos de engenharia, e (iv) termoplásticos de engenharia especiais (Canevarolo Jr., 2010).

Os termoplásticos convencionais configuram o grupo de polímeros empregados em uso geral, de baixa exigência mecânica, que têm entre suas principais características o baixo custo, a facilidade de processamento e a alta produção. Estes correspondem a aproximadamente 90% da produção total de polímeros no mundo. Como exemplos de termoplásticos convencionais têm-se as poleolefinas (polietileno (PE), polipropileno (PP), entre outros), o poliestireno (PS) e o policloreto de vinila (PVC) (Canevarolo Jr., 2010).

Os termoplásticos especiais são polímeros com um custo um pouco acima dos convencionais, porém com certos atributos um pouco melhores. Nesta classe pode-se destacar os copolímeros de etileno-acetato de vinila (EVA) e estireno-acrilonitrila (SAN) e os homopolímeros de politetrafluoro-etileno (PTFE) e polimetacrilato de metila (PMMA) (Canevarolo Jr., 2010).

A fabricação de peças de bom desempenho para aplicações em dispositivos mecânicos exige do polímero alta resistência mecânica, boa tenacidade e excelente estabilidade dimensional, que podem ser encontradas nos termoplásticos de engenharia. Por prover todas as propriedades citadas, essa classe de polímeros possui um controle mais refinado em seu processamento e produção, tendo assim um custo maior em relação aos polímeros citados anteriormente. Como exemplos de termoplásticos de engenharia podem-se citar as poliamidas (PA), os poliésteres termoplásticos (PET e PBT), os poliacetais, os policarbonatos (PC), o copolímero de estireno-butadieno-acrilonitrila (ABS) e o polioxi-fenileno (PPO) (Canevarolo Jr., 2010).

Como o próprio nome sugere, os termoplásticos de engenharia especiais possuem atributos especiais que lhe conferem propriedades para aplicações

restritas, onde os outros tipos de polímeros seriam incapazes de serem empregados, como por exemplo ambientes de alta temperatura. São polímeros, em geral, com grande quantidade de anéis aromáticos na cadeia principal, os quais aumentam a estabilidade térmica para uso intermitente a temperaturas acima de 150°C. Como destaques dessa classe pode-se citar os polímeros contendo enxofre (polisulfonas, polisulfeto de fenileno PPS), poliimidas, alguns poliuretanos (PU), polieter-etercetona (PEEK) e os polímeros de cristal líquido polimérico (Canevarolo Jr., 2010).

Os materiais empregados no presente trabalho, polietileno de alta densidade (PEAD), polipropileno (PP) e policloreto de vinila (PVC), são classificados como termoplásticos convencionais (*commodities*). Entretanto, devido ao avanço do conhecimento sobre o comportamento desses materiais, têm-se aumentado seus empregos em aplicações de engenharia. As três seções seguintes são dedicadas a apresentação desses materiais. Características peculiares de cada um deles são apresentadas. A principal ideia é de trazer um pouco de conhecimento específico sobre esses, propiciando o enriquecimento de possíveis discussões posteriores.

3.4.1. Polietileno (PE)

3.4.1.1. Descrição geral

Em sua forma mais simples, uma molécula de polietileno (PE) é composta por uma longa cadeia principal, onde os átomos de carbono encontram-se ligados covalentemente entre si e a dois átomos de hidrogênio cada, sendo a cadeia terminada por grupamentos metila (Figura 3.9).

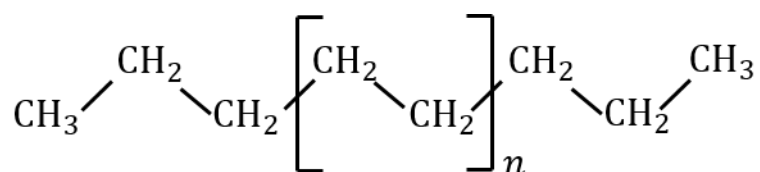


Figura 3.9. Estrutura química do polietileno puro (PE).

O PE puro pode ser classificado como um alceno que segue a fórmula $C_{2n}H_{4n+2}$, onde n representa o grau de polimerização, ou seja, o número de monômeros de etileno que compõe a cadeia principal. Diferentemente de materiais orgânicos convencionais, o PE não é formado em sua totalidade por moléculas idênticas. Como um polímero, este é composto por cadeias com diferentes

tamanhos, sendo caracterizado por uma distribuição de massa molar. Além dos tamanhos variados, as moléculas de polietileno podem possuir ramificações e conter, inclusive, quantidades pequenas de insaturação (Coutinho et al., 2003; Olabisi & Adewale, 2016; Peacock, 2000).

3.4.1.2. Estrutura molecular

Existem diferentes tipos de PEs. Como os PEs seguem a mesma configuração química, ou seja, apresentam como esqueleto cadeias com átomos de carbono ligados covalentemente entre si e a átomos de hidrogênio, as variações na natureza do material surgem principalmente das ramificações. Quantidade, posicionamento e o grupamento lateral que estas conectam, desde simples grupamentos alquil até ácidos e ésteres, são capazes de modificar drasticamente as propriedades. As propriedades diretamente afetadas pela presença de ramificações são a densidade e a cristalinidade (Peacock, 2000).

No estado sólido, a presença de ramificações e outros defeitos na cadeia principal limitam a cristalinidade, e por conseguinte, a densidade. Cadeias que possuem um baixo número de defeitos e ramificações possuem um maior grau de cristalinidade e como o empacotamento das cadeias nas regiões cristalinas é maior que nas amorfas, a densidade do polietileno também tende a aumentar (Peacock, 2000). Diante dos seus diferentes tipos, os PEs podem exibir uma gama de propriedades, dependendo principalmente dos seus atributos moleculares e morfológicos. Cada classe de PE possui suas próprias características e dentro de cada uma ainda se é capaz de encontrar diversas propriedades. Dentre os principais tipos de PE pode-se destacar: (i) polietileno de alta densidade (PEAD), (ii) polietileno de baixa densidade (PEBD), (iii) polietileno linear de baixa densidade (PELBD), (iv) polietileno de ultra baixa densidade (PEUBD) (Coutinho et al., 2003).

Os polietilenos de alta densidade (PEAD) são os mais parecidos em estrutura química com o polietileno puro. Consistem majoritariamente de cadeias sem ramificações, beirando assim um nível máximo de linearidade. Combinada a baixa presença de defeitos, um alto grau de cristalinidade pode ser atingido, resultando em polímeros com uma alta densidade. A Tabela 3.1 apresenta as principais propriedades usualmente encontradas para o PEAD. Devido ao baixo número de

ramificações, os PEAD muitas vezes são simplesmente chamados de polietilenos lineares (Coutinho et al., 2003; Peacock, 2000).

Tabela 3.1. Principais propriedades encontradas para o PEAD (Wypych, 2012).

Estrutura Molecular	
Cristalinidade [%]	70 - 90
Tipo de Célula Unitária	ortorrômbica
Forma molecular	zig-zag planar
Espessura das lamelas [nm]	0,42 - 14,1
Propriedades Físicas	
Peso específico a 20 °C [gcm ⁻³]	0,94 – 1,00
Cor	branca
Temperatura de fusão (T_m) [°C]	125 - 135
Temperatura de transição vítrea (T_g) [°C]	-133 - -118
Propriedades Mecânicas	
Tensão de ruptura à tração (σ_{rup}) [MPa]	13.0 - 51.0
Módulo de Elasticidade à tração (E) [MPa]	500 - 1500
Tensão de escoamento à tração (σ_y) [MPa]	21,4 - 31,0
Deformação no escoamento (ε_y) [%]	3,7 - 15,0
Deformação de ruptura (ε_{rup}) [%]	3,0 - 1900

Como o próprio nome sugere, os polietilenos de baixa densidade (PEBD) apresentam baixa massa específica devido a presença de substancial concentração de ramificações, que dificultam o processo de cristalização. As ramificações consistem em sua maior parte de grupamentos pequenos, radicais etil e butil, porém também é possível a formação de longas cadeias. Os PEBD geralmente apresentam massa específica em torno de 0,90-0,94 g/cm³ (Coutinho et al., 2003; Peacock, 2000).

Quimicamente os polietilenos lineares de baixa densidade (PELBD) podem ser definidos através do compromisso dos atributos das duas classes anteriormente citadas, PEAD e PEBD, apresentando cadeias principais lineares, onde se conectam aleatoriamente pequenos radicais; comumente grupamentos alquil. Comparando com o PEAD, a presença de ramificações impede de certa forma a cristalização,

reduzindo um pouco a densidade no PELBD ($0,90 - 0,94 \text{ g/cm}^3$) (Coutinho et al., 2003; Peacock, 2000).

Os polietilenos de ultra baixa densidade (PEUBD) representam uma classe específica de polietilenos de baixa densidade, que apresentam uma maior concentração de ramificações de pequeno alcance. A presença de um maior número de ramificações inibe efetivamente a cristalização, resultando em um polímero predominante amorfo. A desordem das cadeias encontradas no PEUBD reflete em uma densidade bem mais baixa, quando comparada com os outros tipos ($0,86-0,90 \text{ g/cm}^3$) (Coutinho et al., 2003; Peacock, 2000).

3.4.1.3. Morfologia

Majoritariamente no estado fundido, as moléculas de PE se encontram desorganizadas, exibindo alta amorficidade. Quando solidificadas, as cadeias tendem a se organizar, formando regiões cristalinas, que dependendo das condições de processamento, estrutura e configuração molecular podem variar de extensão. A maior parte das poliolefinas apresenta uma morfologia semicristalina e o PE não é uma exceção. As proporções de fase cristalina e amorfa, assim como suas formas, orientações e conectividade influenciam de maneira crucial nas suas propriedades físicas (Peacock, 2000).

No estado sólido, o PE é composto morfologicamente por três fases. Além de possuir regiões cristalinas imersas em uma matriz amorfa, ainda é possível definir uma fase de transição, que é composta parcialmente por cadeias organizadas e com alto grau de compactação próximas aos cristalitos, e moléculas desorganizadas com alto grau de aleatoriedade nos espaços intermediários. O conceito do PE ser semicristalino é importante, pois por meio deste consegue-se explicar sua ampla, e ao mesmo tempo singular, combinação de propriedades. Se o PE fosse totalmente cristalino este seria um material completamente vítreo e frágil, ao mesmo tempo que se a morfologia do PE fosse totalmente amorfa, este apresentaria características de um fluido altamente viscoso. Na prática, ambas as características sozinhas são incapazes de definir completamente o comportamento do PE, sendo este na realidade um material resistente e flexível ao mesmo tempo (Peacock, 2000).

As propriedades físicas do PE no estado sólido são completamente dependentes da sua natureza semicristalina. A maior parte de seus atributos estão

conectados a combinação das características das fases cristalina e amorfa, e ainda a conectividade que existe entre essas. De vantagem, devido a sua morfologia, tem-se que os PEs são materiais flexíveis de alta ductilidade, que apresentam ainda alta inércia química e resistência elétrica. Porém, devido sobretudo a presença das regiões amorfas, os PEs possuem dificuldade de manter uma estabilidade dimensional quando submetido a um carregamento prolongado e são facilmente amolecidos a temperaturas relativamente baixas. (Peacock, 2000).

3.4.1.4. Aplicações

O PE é largamente empregado como matéria-prima na fabricação de diferentes produtos, desde materiais totalmente poliméricos a não poliméricos. A escolha dos materiais para a fabricação é sempre complexa, envolvendo fatores além dos requeridos para a funcionalidade do produto, como custo, facilidade de processamento e fabricação e apelo estético. Em sua maioria, os PEs apresentam atributos físicos relativamente modestos comparados a outros tipos de materiais, porém o equilíbrio geral de suas propriedades, na maior parte das aplicações, acaba decidindo a seu favor. Os PEs apresentam poucos atributos extraordinários, em contrapartida, também não expõem quase nenhum que possa limitá-los. Com isso, encontram uso na fabricação de produtos duráveis e não duráveis, podendo ser empregados tanto em aplicações de uso geral quanto de engenharia (Peacock, 2000).

Dentre os termoplásticos, o PE é aquele que apresenta o maior consumo (~40%) (Biron, 2013). A maior parte da demanda está ligada ao emprego dos polietilenos de alta e baixa densidade (PEAD e PEBD). A natureza linear dos polietilenos de alta densidade propicia o alcance de elevada cristalinidade, permitindo a obtenção de alta rigidez e baixa permeabilidade. Esta combinação torna os PEAD interessantes para a produção de pequenos, médio e grandes vasilhames líquidos, como garrafas de uso geral, baldes a até mesmo tanques de armazenamento de produtos químicos. A baixa permeabilidade e rigidez são atributos necessários também em tubulações, onde combinadas a resistência à corrosão, garantem o largo emprego do PEAD nesse setor. A boa resistência mecânica apresentada pelos PEAD faz com que esse encontre também largo emprego na indústria de embalagens na forma de filmes, sendo capaz de oferecer

proteção contra contaminantes, transparência ou apelo estético e facilidade de uso. Devido a sua alta resistência a abrasão, o PEAD ainda encontra uso em aplicações domésticas e comerciais de baixa solicitação mecânica como em recipientes, engradados, utensílios domésticos e brinquedos. Principalmente em aplicações de engenharia, que exigem alta rigidez, ligações cruzadas podem ser promovidas ao longo da cadeia do PE aumentando ainda mais sua resistência química e física (Biron, 2013; Coutinho et al., 2003; Peacock, 2000).

3.4.2. Polipropileno (PP)

3.4.2.1. Descrição geral

O polipropileno (PP) é um polímero termoplástico formado pela polimerização de moléculas de propileno (monômero), dando origem a uma macromolécula com grande tamanho de cadeias (Figura 3.10) (Karian, 2003). A Tabela 3.2 apresenta as principais propriedades usualmente encontradas para o PP.

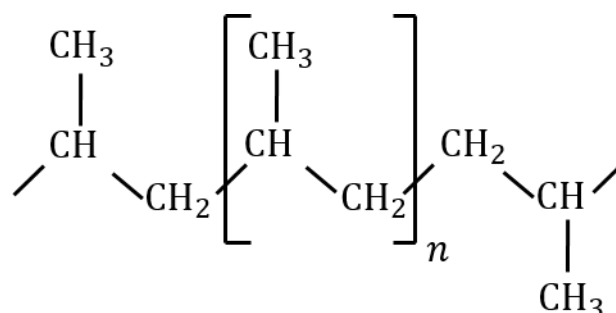


Figura 3.10. Estrutura química do polipropileno.

Como na maioria dos polímeros termoplásticos, o PP em seu estado fundido possui suas propriedades governadas principalmente pela distribuição e tamanho médio das cadeias. No estado sólido, seus atributos refletem as características da sua morfologia semicristalina, dependendo principalmente da distribuição e da proporção das fases cristalinas e amorfas (Karian, 2003).

Tabela 3.2. Principais propriedades encontradas para o PP (Wypych, 2012).

Estrutura Molecular	
Cristalinidade [%]	3,2 – 67,0
Tipo de Célula Unitária	ortorrômbica (sindiotático); monoclínica (isotático)
Forma molecular	helicoidal
Espessura das lamelas [nm]	7 – 13
Propriedades Físicas	
Peso específico a 20 °C [gcm ⁻³]	0,84 – 0,91
Cor	translúcida ou branca
Temperatura de fusão (T_m) [°C]	120 – 176
Temperatura de transição vítrea (T_g) [°C]	-51 - -9
Propriedades Mecânicas	
Tensão de ruptura à tração (σ_{rup}) [MPa]	26,0 – 32,0
Módulo de Elasticidade à tração (E) [MPa]	680 - 3600
Tensão de escoamento à tração (σ_y) [MPa]	20,0 - 31,0
Deformação no escoamento (ε_y) [%]	7,0 – 12,0
Deformação de ruptura (ε_{rup}) [%]	8,0 – 750,0

3.4.2.2. Estrutura molecular

As características do PP no estado sólido ocorrem porque o monômero de propileno é assimétrico em sua forma. Essa natureza assimétrica do monômero de propileno permite a criação de diferentes possibilidades de ligação entre os propilenos, devido a regularidade e a simetria do grupamento metil, formando cadeias poliméricas que não são possíveis de serem alcançadas, por exemplo, com os monômeros de etileno, dando origem a isômeros estruturais ou estereoisômeros.

Estereoisômeros são possíveis no PP porque os monômeros podem se ligar de tal maneira que o grupamento metil pode se situar em diferentes arranjos espaciais de acordo com a cadeia principal. Os PPs que dispõem de alta taticidade costumam possuir boas propriedades físicas, mecânicas e térmicas no estado sólido. Enquanto que os materiais atáticos são moles e pegajosos, possuindo baixas propriedades, encontrando assim uso restrito, como em selantes, adesivos e

produtos de calafetagem, onde a aderência e viscosidade são desejáveis (Callister Jr. & Rethwisch, 2013; Karian, 2003).

3.4.2.3. Morfologia

Dentre os diversos tipos de PP pode-se destacar sua forma homopolimérica. O PP homopolímero existe como um sistema bifásico que compreende uma fase cristalina e outra amorfa, onde a fase amorfa engloba regiões cristalizáveis, isotáticas, e não cristalizáveis, atáticas. O grau de cristalinidade dos pellets extrudados de PP está entre 60-70%. Uma maneira de descrever a morfologia encontrada nos PPs é considerá-la como um conjunto de cristalitos que funcionam como “ligações cruzadas” em uma matriz amorfa (Karian, 2003).

Um modelo largamente aceito da estrutura sólida dos homopolímeros de PP assume que este é composto por regiões com alto alinhamento das cadeias e compactação, as quais estão entremeadas de regiões compostas por ramificações de material dúctil. Nas áreas de alta organização, as cadeias de PP se dobram formando agrupamentos compactos, os cristalitos. O material amorfo que liga as regiões rígidas é formado por cadeias aleatórias que conectam os cristalinos. A cristalização das cadeias é um dos fatores que determina a espessura dos cristalitos e a espessura dos cristalitos, por sua vez, determina o quanto de energia térmica é requerida para fundir as cadeias, tendo total relação com a temperatura de fusão (T_m) e a temperatura de transição vítrea (T_g) (Karian, 2003).

3.4.2.4. Aplicações

Os produtos fabricados com o PP possuem relativa simplicidade, devido ao monômero do PP ser altamente disponível, e demonstram versatilidade, encontrando uso nas mais diferentes aplicações, devido, sobretudo, as suas propriedades equilibradas (Karian, 2003).

O PP possui excelentes propriedades física, mecânica e térmica quando usado em aplicações a temperatura ambiente. É relativamente rígido, possui baixa densidade e boa resistência ao impacto. Comparado com outros polímeros, o PP apresenta um ponto de fusão relativamente alto. Todas essas propriedades podem ser facilmente variadas pela alteração da regularidade e distribuição das cadeias

(taticidade), tamanho médio das cadeias, incorporação de comômeros, como o etileno na cadeia principal, e pela inserção de aditivos, como modificadores de impacto (Karian, 2003).

Por conta das propriedades dos PPs cobrirem um intervalo substancial, a aplicação dos PPs é diversa corroborando, assim, sua classificação usual de polímero *commodity*. Dentre os diferentes setores de aplicação dos PPs pode-se destacar seu uso na produção de fibras e tecidos, filmes, placas, moldes variados de injeção, sopro e diversos componentes da indústria automotiva, devido à baixa densidade (Biron, 2013; Karian, 2003).

3.4.3. Policloreto de Vinila (PVC)

3.4.3.1. Descrição geral

O policloreto de vinila (PVC) é formado pela união de monômeros de cloreto de vinila (Figura 3.11). Normalmente os monômeros se conectam seguindo uma configuração cabeça-a-cauda, exibindo baixa proporção de junções cabeça-a-cabeça (Titow, 1990). Na Tabela 3.3 se encontram as principais propriedades usualmente encontradas para o PVC.

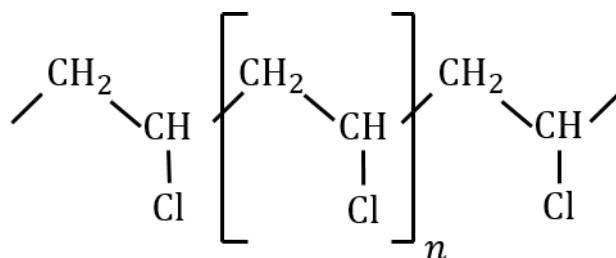


Figura 3.11. Formulação química do policloreto de vinila (PVC).

Um plástico pode ser definido como um material a base de polímero. O plástico pode ser formado por um único polímero, sendo este virtualmente o único constituinte, ou pode ser combinado com aditivos e outros tipos de modificadores. Nos plásticos de PVC o polímero está sempre associado a aditivos, modificadores e cargas, que em alguns casos, inclusive, podem estar presentes em proporções predominantes. De fato, entre os plásticos, o PVC é notável por sua grande variedade de aplicações, conseguida através de suas inúmeras formulações, que

permitem que este alcance um intervalo vasto de propriedades único entre os polímeros (Titow, 1990).

Tabela 3. 3. Principais propriedades encontradas para o PVC (Wypych, 2012).

Estrutura Molecular	
Cristalinidade [%]	4,0 – 10,0
Tipo de Célula Unitária	ortorrômbica
Forma molecular	zig-zag planar
Espessura das lamelas [nm]	2,5 – 6,0
Propriedades Físicas	
Peso específico a 20 °C [gcm ⁻³]	1,37 – 1,53
Cor	branca
Temperatura de fusão (T_m) [°C]	103 - 230
Temperatura de transição vítrea (T_g) [°C]	13 - 87
Propriedades Mecânicas	
Tensão de ruptura à tração (σ_{rup}) [MPa]	7,1 – 68,9
Módulo de Elasticidade à tração (E) [MPa]	2430 - 4000
Tensão de escoamento à tração (σ_y) [MPa]	39,2 – 88,3
Deformação no escoamento (ε_y) [%]	3,0 – 10,0
Deformação de ruptura (ε_{rup}) [%]	3,5 – 720,0

3.4.3.2. Estrutura molecular

Diferentes tipos de aditivos, modificadores e cargas podem ser adicionados ao PVC para lhe conferir propriedades singulares. Dentre os mais largamente empregados podem-se citar: (i) os estabilizantes, que promovem um aumento da resistência térmica, minimizando efeitos da degradação e possibilitando o emprego do produto em temperaturas mais altas; (ii) os lubrificantes, tanto internos quanto externos, que facilitam o processamento, controlando a fusão e garantindo uma maior fluidez da massa fundida com as paredes internas dos equipamentos de processamento, reduzindo também os efeitos de fricção superficial; (iii) os corantes, que permitem a modificação da cor do objeto atendendo requisitos estéticos ou até mesmo desempenhando uma função informativa, (iv) os plastificantes, que desempenham papel importante nas propriedades mecânicas do produto final,

concedendo flexibilidade, plasticidade e tenacidade, e também auxiliam no processamento do polímero, diminuindo a viscosidade, promovendo assim uma ação lubrificante de caráter interno; (v) modificadores de impacto, que são capazes de conceder tenacidade, especialmente importantes em compostos de PVC relativamente frágeis; (vi) as cargas, que embora sejam adicionadas para ocupar volume e assim diminuir os custos do produto final, se adicionadas em quantidades significativas, podem promover também mudanças mecânicas, reduzindo os efeitos de contração na solidificação da massa fundida, aumentando a dureza e a rigidez (Titow, 1990, 1986).

Dentre todos os componentes que podem ser misturados ao PVC, concedendo a estes propriedades únicas, os plastificantes, quase sempre ftalatos, são aqueles que são adicionados em maiores proporções e encontram maior uso entre os aditivos. De acordo com a concentração em peso de plastificantes adicionado, o PVC pode ser classificado como: (i) rígido, para concentrações mínimas (~0% em peso), (ii) semi-rígido, para concentrações de até 25% em peso, e (iii) flexíveis para concentrações acima de 25% em peso de plastificantes (Titow, 1986).

Os PVC comerciais podem ser considerados essencialmente amorfos, porém estes podem conter pequenas regiões cristalinas, refletindo em uma cristalinidade em torno de 8-10%. A cristalinidade é associada a estereoregularidade (sindiotática) que algumas cadeias apresentam. A orientação molecular do polímero de PVC, obtida durante o seu processamento, pode ter contribuição importante na morfologia e nos atributos finais dos produtos de PVC. Assim como nos outros polímeros, as condições de processamento e a distribuição e a média do peso molecular também possuem papéis cruciais nas propriedades do PVC (Titow, 1986).

3.4.3.3. Aplicações

O PVC é o terceiro polímero termoplástico de maior consumo no mundo, ficando atrás apenas das poliolefinas, como o PE e o PP (Biron, 2013). Embora o PVC não seja o o polímero mais consumido no mundo, este possui o maior espectro de uso. Muitas de suas inúmeras e diversificadas aplicações são exclusivas e, em outras, o PVC consegue competir com sucesso com outros polímeros e materiais, sendo sempre preferido. Dentre o seu vasto uso pode-se citar sua utilização

principal na fabricação de canos, tubulações, perfis extrudados, embalagens, laminados, espuma e isolamento de fios e cabos (Titow, 1986).

O amplo e variado uso do PVC em diferentes aplicações se deve ao seu custo relativamente baixo e a diversos atributos técnicos que só este é capaz de oferecer. O PVC (i) apresenta propriedades gerais que são úteis em sua aplicação como plástico, tal como considerável resistência mecânica, boa resistência química, baixa inflamabilidade e boas propriedades elétricas; (ii) é capaz de ser misturado a diversos componentes, permitindo o alcance de uma larga variedade de propriedades; e (iii) possui uma enorme versatilidade de processamento. Embora o PVC possa ser processado e convertido em produtos importantes, como tubos, laminados, revestimento, isolamento de fios e cabos, pelos procedimentos técnicos padrões como, extrusão, injeção, sopro e termoformagem, este também é particularmente adequado para calandragem e encontra importante aplicação por conta da sua processabilidade em formas especiais, como em pasta (Titow, 1990).

3.5. Modelagem do comportamento mecânico

3.5.1. Visão geral

A caracterização experimental e a modelagem mecânica estão interconectadas e podem ser usadas para orientar previsões precisas da resposta mecânica de diferentes tipos de polímeros (Bergstrom, 2015). A modelagem, dentro da mecânica, pode ser considerada uma ciência, uma técnica e uma arte. É uma ciência, pois constitui um processo pelo qual as observações podem ser colocadas em uma estrutura matemática lógica a fim de reproduzir ou simular fenômenos relatados. Constitui-se como uma técnica, pois usa ferramentas, como a matemática, termodinâmica, simulações computacionais e experimentação, para construir modelos e obter valores numéricos dos parâmetros que são empregados em cálculos de estruturas, de maneira a prever o comportamento em serviço, tendo como principais motivações a otimização do projeto e a garantia da máxima segurança. E é uma arte, pois a sensibilidade do cientista desempenha um papel importante em seu desenvolvimento (Lemaitre, 2001).

As discussões sobre as propriedades mecânicas dos polímeros geralmente envolvem dois objetivos que são inter-relacionados. O primeiro objetivo é a obtenção de uma descrição macroscópica adequada do comportamento particular

do polímero em consideração e o segundo é a busca de uma explicação do comportamento obtido em termos moleculares, incluindo detalhes da composição química e da estrutura física (Ward & Sweeney, 2013).

De maneira a possibilitar uma melhor avaliação dos fenômenos envolvidos, quanto à modelagem, existem dois tipos de abordagens que perpassam pelos objetivos prévios destacados (Bergstrom, 2015). A primeira, dita clássica, é o uso de modelos fenomenológicos validados por experimentos práticos. Apesar da validação prática desses modelos, muitas vezes o espaço coberto por eles é muito pequeno e particular, sendo estritamente aplicável, apenas, para as condições exatas de carregamento nas quais foram validados (Bergstrom, 2015; Ward & Sweeney, 2013).

A segunda abordagem consiste no uso de modelos micromecânicos. Por definição, os modelos micromecânicos, são aqueles que usam da informação e do conhecimento da microestrutura do material como base para o desenvolvimento do modelo. Os modelos micromecânicos são baseados no preceito de transferência do conhecimento do comportamento existente na escala micro para o mundo macro, ou seja, na criação de uma “regra” de transformação entre as diferentes escalas. Embora os modelos micromecânicos sejam quase sempre preferíveis, devido à complexidade das características de deformação da microestrutura molecular, são difíceis de desenvolver, fazendo com que o seu uso não seja tão popular. Diante do desafio de transferir informações pelas diferentes escalas, dos vários modelos já desenvolvidos, a maioria é fruto da combinação de elementos da micromecânica da deformação com abordagens fenomenológicas (Ward & Sweeney, 2013).

Um modelo constitutivo pode ser definido como uma expressão matemática dada pela combinação da equação constitutiva e de um conjunto correspondente de parâmetros do material (Bergstrom, 2015). Destacando-se o comportamento dos materiais, nenhuma lei única existe para caracterizar qualquer fenômeno, especialmente quando se trata de fenômenos não lineares. Durante as últimas décadas, muitos modelos foram propostos, cada um contendo seu próprio domínio de validade. A proliferação é em grande parte devido aos avanços computacionais, tornando capaz a reprodução, com maior precisão, de fenômenos como a elasticidade, plasticidade, viscoelasticidade, viscoplasticidade e fluência, tão presentes nos polímeros (Ottosen & Ristinmaa, 2005). Diante da rápida difusão dos modelos, torna-se necessário classificá-los, compará-los e validá-los de forma a

certificar suas robustez de predição e encontrar suas janelas de uso (Lemaitre, 2001).

Nos materiais cristalinos, a plasticidade é interpretada com base na movimentação de defeitos lineares, amplamente conhecidos como discordâncias. Considerando algumas similaridades na relação entre tensão de escoamento e módulo cisalhante, muitos pesquisadores identificaram como mecanismo elementar da plasticidade nos polímeros semicristalinos a ativação térmica de defeitos estruturais, análoga a abordagem adotada para as discordâncias. Ademais, polímeros são materiais viscoelásticos que exibem, geralmente, diferentes mecanismos de relaxação. Sendo assim, os modelos existentes são baseados em duas ou três das seguintes considerações: (i) defeitos ou deslizamento de microdomínios, (ii) ativação térmica desencadeada pela aplicação de tensão e (iii) transições viscoelásticas (Lemaitre, 2001).

As equações constitutivas são geralmente unidimensionais e se propõem a representar o comportamento mecânico descrito por toda a curva tensão-deformação verdadeira. Alguns modelos consideram somente o comportamento plástico, enquanto que na maioria dos casos todos os componentes da deformação são integrados dentro de um mesmo formalismo (Lemaitre, 2001).

Tendo em vista a forma da curva tensão-deformação, fica evidente que um vasto número de equações matemáticas pode ser desenvolvido de forma a obter uma correlação adequada com os dados experimentais. Entretanto, algumas formas são mais convenientes e assim possuem um uso prático maior, enquanto outras são mais apropriadas devido à consideração de uma modelagem microestrutural (G'Sell & Jonas, 1981). De forma geral, os modelos constitutivos unidimensionais podem ser classificados em três categorias: (i) modelos multiplicativos, que possuem como padrão uma formulação geral multiplicativa $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = K_p F(\varepsilon) G(\dot{\varepsilon})$, (ii) modelos aditivos, que se utilizam de uma soma de funções $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = F(\varepsilon) + G(\dot{\varepsilon})$ e (iii) modelos diferenciais, que seguem uma formulação diferencial $d\sigma/d\varepsilon = D(\varepsilon, \dot{\varepsilon})$ para a representação da resposta mecânica, onde σ representa a tensão, $\dot{\varepsilon}$ é a taxa de deformação, $\varepsilon = \int_0^l \dot{\varepsilon}(u)$ é a deformação acumulada e K_p é um fator de escala (Lemaitre, 2001).

3.5.2. Modelos multiplicativos

A abordagem multiplicativa é considerada a mais simples e, assim, possui imensa popularidade (Duffo et al., 1995; G'sell et al., 1983). O modelo multiplicativo mais popular, que é puramente fenomenológico, origina-se do trabalho de G'Sell (1988). Em sua forma completa, o modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas pode ser descrito como:

$$\sigma = K \exp(a/T) [1 - \exp(-w\varepsilon)] [1 + c \exp(-b\varepsilon)] \exp(h\varepsilon^n) (\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m \quad (3.1)$$

onde a dependência da temperatura é descrita pela lei de Arrhenius $K_p = K \exp(a/T)$. A dependência em relação a deformação é dividida em três termos: (i) $V(\varepsilon) = [1 - \exp(-w\varepsilon)]$, que refere-se ao modelo de Maxwell e descreve a parte inicial elástica-viscoelástica da curva tensão-deformação, este termo é igual a zero para deformações nulas ($\varepsilon = 0$) e rapidamente tende ao valor unitário quando ε aumenta; (ii) $C(\varepsilon) = [1 + c \exp(-b\varepsilon)]$, que descreve o pico de tensão observado no escoamento, quando a fase amorfa se encontra no estado vítreo, ou seja, abaixo da T_g ; e (iii) $H(\varepsilon) = \exp(h\varepsilon^n)$, que descreve o encruamento em altas deformações. A sensibilidade a taxa de deformação é dada por uma lei potencial $G(\dot{\varepsilon}) = (\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m$, sendo a taxa de deformação de referência, $\dot{\varepsilon}_0$, convencionalmente igual a 1 s^{-1} , introduzida para homogeneização da equação (Duffo et al., 1995; G'sell et al., 1983; Lemaitre, 2001; Robertson, 1966; Trufasu et al., 2011)

Consequentemente, a equação constitutiva, a uma determinada temperatura e taxa de deformação depende da determinação de sete parâmetros reológicos: (i) o fator de escala ou de consistência K_p , (ii) o coeficiente viscoelástico w , (iii) os coeficientes de escoamento c e b , (iv) os parâmetros de encruamento h e n e (v) o coeficiente de sensibilidade da taxa de deformação m (Duffo et al., 1995; Trufasu et al., 2011).

3.5.3. Modelos aditivos

Os modelos aditivos podem ser tipicamente empíricos ou baseados na decomposição da tensão em duas componentes (Lemaitre, 2001). Modelos aditivos empíricos podem ser encontrados na literatura, sobretudo para descrever o comportamento de polímeros predominantemente amorfos. Dentre esses modelos vale destacar o modelo θ (Bisilliat & Billon, 1998):

$$\sigma = \sigma_{el} + K_s[1 + \theta \varepsilon \exp(-w\varepsilon^2)] + K \exp(a/T) \exp(h\varepsilon^2) \dot{\varepsilon}^m \quad (3.2)$$

onde o componente elástico, σ_{el} , segue a lei de Hooke ($\sigma_{el} = \varepsilon E$); o termo seguinte $F(\varepsilon) = K_s[1 + \theta \varepsilon \exp(-w\varepsilon^2)]$ descreve a tensão máxima obtida no escoamento e, diferentemente do modelo multiplicativo, um fator de escala K_s e um coeficiente θ relacionado a viscoelasticidade são adicionados; e $G(\dot{\varepsilon}) = K \exp(a/T) \exp(h\varepsilon^2) \dot{\varepsilon}^m$ descreve a dependência da tensão em relação à temperatura e à taxa de deformação de forma conjunta ao comportamento exponencial, refletido pelo encruamento em altas deformações (Lemaitre, 2001).

Diversos estudos sobre a plasticidade dos polímeros têm demonstrado que, para um grande intervalo de deformações e taxas de deformação, os dados experimentais podem ser melhores correlacionados com o emprego de modelos aditivos do tipo: $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = \sigma_i(\varepsilon) + \sigma^*(\dot{\varepsilon})$ (Andrews & Ward, 1970; Bauwens-Crowet et al., 1974; G'Sell & Jonas, 1981; Pink, 1976; Ward, 1971). De posse dessa formulação, ilustrada esquematicamente na Figura 3.12, as curvas tensão-deformação para diferentes taxas de deformação são separadas apenas por um simples deslocamento vertical.

O primeiro termo, $\sigma_i(\varepsilon)$, representa a tensão interna e mede o efeito da deformação plástica verdadeira acumulada no material durante a prévia história mecânica da amostra. De acordo com Fotheringham & Cherry (1978a, 1978b) a tensão interna atua como uma força motriz de sentido contrário, que tende a retornar o material ao seu estado não deformado. De fato, já foi demonstrado (Hosemann et al., 1972; Li, 1978), que um polímero plasticamente deformado pode recuperar-se completamente a sua forma inicial, desde que as condições térmicas, geométricas e de tempo sejam adequadas. A exata origem microestrutural da tensão interna e a forma matemática preferida para descrevê-la são difíceis de especificar, especialmente para o caso de polímeros semicristalinos, onde a contribuição respectiva das lamelas cristalinas e das camadas amorfas não possuem um entendimento simples (Kardos & Raison, 1975; Petraccone et al., 1991). Entretanto, devido à natureza macromolecular comum a todos os polímeros, a tensão interna pode ser conectada a ação das forças entrópicas do estado borrachoso que fazem com que as cadeias se retraiam quando estas são descarregadas após o alongamento. Dentre as funções clássicas propostas para a descrição da elasticidade do estado borrachoso (Treloar, 1973), considerando pequena a deformação que os

polímeros semicristalinos “dúcteis” podem experimentar em relação as borrachas reais, pode-se destacar, devido à sua simplicidade, a seguinte relação (Treloar, 1943):

$$\sigma_i(\varepsilon) = K[\exp(2\varepsilon) - \exp(-\varepsilon)] \quad (3.3)$$

onde K é uma constante dada para cada tipo de material. A função costuma se adequar relativamente bem aos dados experimentais, exceto em baixas deformações. Essa discrepância pode ser atribuída ao efeito não negligenciável dos valores da taxa de deformação elástica e viscoelástica durante o carregamento inicial de certos polímeros (G'Sell & Jonas, 1981).

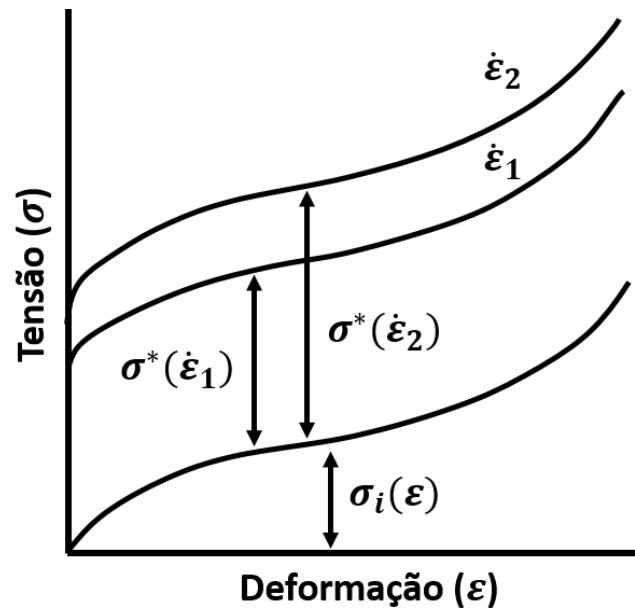


Figura 3.12. Representação esquemática da tensão interna, $\sigma_i(\varepsilon)$, dependente da deformação e da tensão efetiva, $\sigma^*(\dot{\varepsilon})$, que segue as variações impostas pela taxa de deformação (adaptado de G'Sell & Jonas(1981)).

O segundo termo da equação constitutiva, $\sigma^*(\dot{\varepsilon})$, tradicionalmente chamado de tensão efetiva, reflete a sensibilidade do material à taxa de deformação. Pode ser determinado através da plotagem gráfica de σ versus $\log(\dot{\varepsilon})$, que baseia-se em uma taxa de deformação constante medida em $\varepsilon = 0,2$ (Andrews & Ward, 1970; Ward, 1971). Esta abordagem, que é imensamente usada de uma forma simples ou modificada, leva à relação (G'Sell & Jonas, 1981; Haward & Thackray, 1968):

$$\sigma^* = (kT/v_a)\ln[\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_o(T)] \quad (3.4)$$

onde k é a constante de Boltzman; v_a é o volume de ativação aparente e caracteriza a sensibilidade a mudança da taxa de deformação do material; e o termo $\dot{\varepsilon}_o(T)$

incorpora tanto a probabilidade de deformação termicamente “auxiliada”, isto é, termo de energia de ativação, e a dependência da microestrutura em relação a temperatura (G'Sell & Jonas, 1981).

Considerando as formulações obtidas para cada termo (tensão interna e tensão efetiva), o comportamento da curva tensão-deformação verdadeira pode ser descrito pelo uso do seguinte modelo aditivo (G'Sell & Jonas, 1981; Ward, 1971):

$$\sigma = K[\exp(2\varepsilon) - \exp(-\varepsilon)] + (kT/v_a)\ln[\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_o(T)] \quad (3.5)$$

3.5.4. Modelos diferenciais

O principal mérito dos modelos analíticos multiplicativos e aditivos é sua habilidade de descrever, dada uma taxa de deformação e temperatura, a curva tensão-deformação através de um formalismo matemático simples. Assim, esses modelos encontram fácil implementação, especialmente no caso dos modelos multiplicativos, o que os torna imensamente populares. Entretanto, sofrem pela sua concepção, em geral, empírica ou semiempírica. Com isso, têm-se uma crescente demanda para modelos com base física, destacando-se então os modelos diferenciais. Embora nestes a determinação da tensão requeira uma integração numérica, fazendo com que sua implementação se torne complexa em simulações computacionais, os modelos diferenciais encontram uso crescente, podendo-se destacar os modelos diferenciais de Vest-Amoedo-Lee e G'Sell-Jonas (G'Sell & Jonas, 1981; Lemaitre, 2001)

O modelo de Vest-Amoedo-Lee (Lemaitre, 2001; Stokes & Krajcinovic, 1987), proposto para polímeros predominantemente amorfos, é baseado em um modelo reológico que consiste de uma mola de Hooke, com módulo de elasticidade E , ligada em série a três componentes em paralelo, sendo esses um componente de escoamento, um amortecedor de Eyring e um elemento de elasticidade de borracha:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = E \left[1 - \frac{K}{\dot{\varepsilon}} \sinh \left\{ V \frac{\frac{\sigma}{1 + \left(\frac{1 - \varphi_o}{\varphi_o} \right) \exp(-c_1 \varepsilon)} - K_1 [\exp(2\varepsilon) - \exp(-\varepsilon)]}{4kT} \right\} \right] \quad (3.6)$$

onde φ_o e c_1 caracterizam a distribuição da tensão nos elementos em paralelos; K e V estão relacionados ao amortecedor de Eyring, sendo K um fator de escala e V o volume de Eyring, que representa o volume que um segmento do polímero deve se

mover como um todo de maneira que o escoamento possa ocorrer; $K_1[\exp(2\varepsilon) - \exp(-\varepsilon)]$ representa o termo da elasticidade borrachosa, sendo K_1 um fator de escala; e k é a constante de Boltzmann (Haward & Thackray, 1968; Lemaitre, 2001).

No modelo diferencial de G'Sell-Jonas (G'Sell & Jonas, 1981), a deformação é decomposta em uma parte elástica relacionada à tensão através do módulo de elasticidade E , como no modelo θ , e em uma componente plástica. A deformação plástica é relacionada a criação e propagação de discordâncias, sendo a equação constitutiva dada por:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = E \left[1 - \frac{\varepsilon}{\varepsilon_e^*} \exp \left(\frac{W(\sigma - \sigma_i(\varepsilon) - \sigma_e^*)}{kT} \right) \right] \quad (3.7)$$

onde $\sigma_i(\varepsilon)$ é a tensão interna e pode ser descrita pela equação completa derivada dos modelos de elasticidade de borracha $\sigma_i(\varepsilon) = K_1[\exp(2\varepsilon) - \exp(-\varepsilon)] + K_2[\exp(\varepsilon) - \exp(-2\varepsilon)]$, sendo K_1 e K_2 fatores de escala; e σ_e^* e ε_e^* são respectivamente a tensão efetiva constante e a deformação crítica relacionada ao comportamento obtido após o transiente do escoamento.

A Figura 3.13 ilustra graficamente a definição de σ_e^* e ε_e^* . Em polímeros que apresentam um comportamento predominantemente elasto-plástico, ou seja, em que a contribuição da resposta viscoelástica é pequena (comumente polímeros em que a fase amorfa se encontra no estado vítreo), σ_e^* e ε_e^* são geralmente precedidos de um pico de tensão. Já para polímeros com comportamento viscoelasto-plástico, ou seja, onde a contribuição da deformação viscoelástica para baixas deformações é significativa (comumente polímeros em que a fase amorfa se encontra no estado borrachoso), uma região transiente com tensão efetiva crescente antecede σ_e^* e ε_e^* . Em sua versão original, o modelo diferencial de G'Sell-Jonas independe da taxa de deformação, todavia essa dependência pode ser introduzida (G'Sell & Jonas, 1981; Lemaitre, 2001).

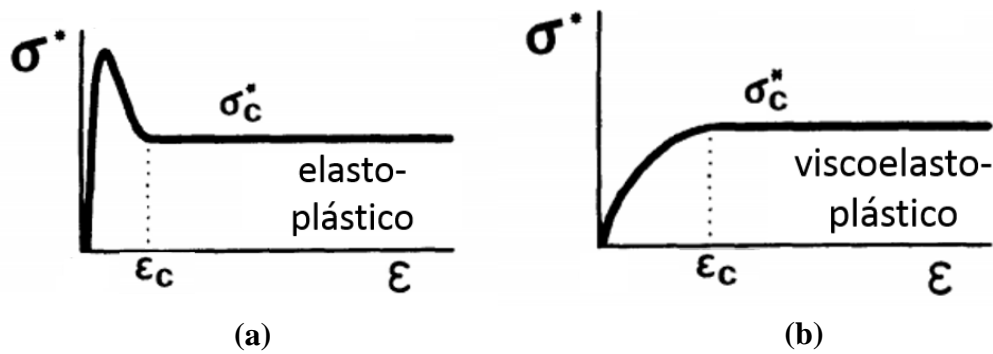


Figura 3.13. Evolução da tensão efetiva em relação a deformação para um polímero que apresenta comportamento (a) elasto-plástico e (b) viscoelasto-plástico (adaptado de G'Sell & Jonas (1981)).

3.5.5. Estimação de parâmetros

Cada modelo é constituído de duas partes: (i) modelo constitutivo, que pormenoriza as equações que governam a resposta do material, e (ii) conjunto de parâmetros do material, que faz parte da equação e é especificado para cada tipo de material. Para descrever um modelo completo do material é fundamental, primeiro, selecionar um modelo constitutivo adequado e, em seguida, encontrar os parâmetros específicos relacionados ao material, “calibrando” os parâmetros de acordo com os dados experimentais (Bergstrom, 2015).

Os parâmetros do modelo tornam possível a previsão quantitativa das relações existentes entre as diversas variáveis do problema. Como visto anteriormente, a estrutura do modelo pode ser gerada de diversas maneiras, de forma empírica ou fundamentada em preceitos teóricos. Entretanto, sem os parâmetros, a estrutura pura do modelo raramente faz sentido (Schwaab & Pinto, 2007).

Com isso, um problema fundamental nas atividades científicas é a determinação dos parâmetros do modelo. Embora possa parecer que a avaliação dos parâmetros seja simples, devido as diferentes formas existentes de se obter a resposta, como fixando alguns valores típicos de projeto para algumas variáveis independentes, calculando as variáveis dependentes por meio do modelo, medindo as variáveis e parâmetros desconhecidos com instrumentação adequada e/ou até mesmo consultando a literatura especializada, isto geralmente não é verdade. As dificuldades envolvidas em encontrar o melhor conjunto de parâmetros para determinado modelo são reais e muitas vezes constituem um grande desafio,

sobretudo quando se trata do uso de modelos avançados para descrever o comportamento de polímeros; onde dados da literatura são escassos e a medição de certos parâmetros é virtualmente impossível, seja porque não existe técnica experimental disponível para esse fim, seja porque o parâmetro não tem qualquer significado físico real, seja porque o parâmetro é na realidade definido pela relação estabelecida entre as variáveis fundamentais do problema, ou seja porque nem mesmo a relação existente entre as variáveis é de fato conhecida (Bergstrom, 2015; Schwaab & Pinto, 2007).

Independentemente da estrutura ou origem do modelo matemático utilizado, é possível determinar os parâmetros do material por meio de um conjunto de ferramentas conhecidas como técnicas de estimação de parâmetros. Os procedimentos de estimação de parâmetros tornam possível a interpretação qualitativa e quantitativa dos dados experimentais, como também a discriminação das variáveis relevantes de um problema, a construção de modelos preditivos e a simulação de processos. Basicamente, estimar parâmetros é usar um modelo como referência e variar os parâmetros até que as previsões do modelo passem o mais próximo possível dos dados experimentais, respeitadas as incertezas características da medição (Schwaab & Pinto, 2007).

A técnica de estimação de parâmetros requer um modelo de referência. Este serve de molde, em torno do qual os dados experimentais devem ser encaixados. Durante o procedimento de estimação, os parâmetros são variados, sendo estes as verdadeiras variáveis consideradas. Genericamente, durante uma simulação com o modelo $\mathbf{y} = f(\mathbf{x}, \boldsymbol{\theta})$, admite-se que os parâmetros $\boldsymbol{\theta}$ são conhecidos e são feitos estudos sobre como as variáveis independentes \mathbf{x} influenciam as variáveis dependentes \mathbf{y} . O problema de estimação de parâmetros consiste em observar quão longe ou perto dos dados experimentais, tendo \mathbf{x} e \mathbf{y} conhecidos, o modelo passa, quando os parâmetros $\boldsymbol{\theta}$ são modificados. Logo, o modelo deve passar o mais próximo possível dos dados experimentais, pressupondo assim a existência de uma métrica, isto é, uma função que mede a distância entre os dados experimentais e os dados previstos pelo modelo. Mais ainda, o procedimento de estimação de parâmetros pressupõe a implementação de algum tipo de rotina de otimização, dado que as previsões feitas com o modelo não devem estar apenas próximas aos dados experimentais, mas sim o mais próximo possível. Finalmente, durante o procedimento de estimação de parâmetros, as incertezas características da medição

devem ser respeitadas. Não se deve esquecer que as medidas experimentais contêm erros e que os erros influenciam o processo de inferência dos parâmetros. Por estar baseado na análise de dados experimentais, que contêm certo grau de incerteza, o procedimento de estimação de parâmetros resulta em valores que também contêm certo grau de incerteza, e com isso deve ser interpretado à luz dos conhecimentos estatísticos (Schwaab & Pinto, 2007).

Resumidamente, o problema de estimação de parâmetros pode ser dividido em três subproblemas. O primeiro subproblema consiste em definir uma métrica (também chamada de função objetivo) adequada para o problema. A definição de uma métrica apropriada é de fundamental importância, pois é baseado nessa métrica que se desenvolve o processo de inferência paramétrica. O segundo subproblema compreende a busca ao ponto ótimo da métrica formulada (mínimo ou máximo, a depender da lógica subjacente à métrica utilizada). Quase sempre, a definição do ponto ótimo só é possível com o auxílio de técnicas numéricas. Finalmente, no terceiro subproblema, preocupa-se em formular uma interpretação estatística precisa dos parâmetros obtidos e da qualidade da previsão efetuada com o auxílio do modelo (Schwaab & Pinto, 2007).

3.5.5.1. Definição da função objetivo

O procedimento de estimação de parâmetros consiste na minimização de uma função objetivo através do ajuste dos parâmetros do modelo, sendo a função objetivo uma medida da distância entre os dados experimentais e as previsões do modelo. Uma definição estatisticamente rigorosa da função objetivo é o ponto de fundamental importância no procedimento de estimação de parâmetros. É a partir da definição da função objetivo que as análises estatísticas dos resultados podem ser feitas com o rigor necessário (Schwaab, 2005).

Uma função objetivo muito utilizada é a função de mínimos quadrados, que mede a soma dos desvios quadráticos do modelo em relação ao experimento. Apesar de ser bastante útil e permitir a solução de uma série de problemas práticos, a função de mínimos quadrados é bastante limitada, pois admite implicitamente que todas as variáveis analisadas pertencem a um mesmo conjunto amostral, ou seja, são medidas de uma mesma variável, obtidas com a mesma precisão em qualquer condição experimental. Assim, quando a diferença na grandeza das variáveis

medidas é significativa, ou mesmo quando os erros associados às medições experimentais são diferentes, a utilização da função de mínimos quadrados se torna inadequada (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007).

Portanto, é necessário uma maneira alternativa de formular a função objetivo, que contemple a possibilidade de levar todos esses fatos em consideração. Uma forma bastante comum de se efetuar a estimação de parâmetros é fazer uso do método da máxima verossimilhança. O método da máxima verossimilhança está baseado em pressupostos relativamente simples e permite a análise de virtualmente qualquer problema experimental de forma rigorosa, desde que se conheça de forma apropriada como se comportam os erros de medição na região experimental. Os pressupostos para construção do método da máxima verossimilhança são apresentados a seguir, assim como seu desenvolvimento até a dedução da função objetivo de mínimos quadrados ponderados. Essencialmente no método da máxima verossimilhança admite-se que (i) as distribuições dos erros experimentais na região de experimentação são conhecidas, (ii) a hipótese do modelo perfeito é válida e (iii) a hipótese do experimento bem-feito também é válida (Schwaab & Pinto, 2007).

Considerando que as variáveis experimentais \mathbf{z}^e (independentes e dependentes) estão sujeitas a erros, estas podem ser vistas como variáveis aleatórias descritas por uma certa função de probabilidade $\wp(\mathbf{z}^e, \mathbf{z}, \mathbf{V}_z)$ que descreve as probabilidades de se obterem os valores experimentais \mathbf{z}^e , dado os valores reais (e desconhecidos) \mathbf{z} e uma medida de variância dos erros experimentais \mathbf{V}_z . O método de máxima verossimilhança consiste em maximizar esta probabilidade, dadas as restrições do modelo $\mathbf{f}(\mathbf{z}, \boldsymbol{\theta}) = \mathbf{0}$, onde \mathbf{z} é um vetor que contém as variáveis independentes e dependentes, \mathbf{f} é um vetor com as equações do modelo e $\boldsymbol{\theta}$ é um vetor que contém os parâmetros do modelo (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007).

Considerando que o modelo é perfeito e que os experimentos são bem feitos, de modo que seja razoável admitir que os resultados experimentalmente obtidos sejam os mais prováveis, parece lógico variarem-se os parâmetros de forma a maximizar a probabilidade de observarem-se os resultados experimentais obtidos (Bard, 1974). Assim, os valores reais e desconhecidos \mathbf{z} podem ser considerados iguais aos valores calculados a partir do modelo, já que este é considerado perfeito, representados por \mathbf{z}^m (Schwaab, 2005).

Por outro lado, a definição da função de densidade de probabilidade não é uma tarefa trivial e um conjunto muito grande de experimentos se faz necessário.

Com isso, a opção mais comum é admitir que os dados experimentais seguem uma distribuição normal de probabilidade, haja visto que também é muito difícil mostrar que um conjunto de dados é ou não normalmente distribuído (Schwaab, 2005). Assim, admitindo que os desvios experimentais são distribuídos normalmente, a função de máxima verossimilhança pode ser escrita como (Brandão, 2014; Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007):

$$\wp(\mathbf{z}^e, \mathbf{z}^m, \mathbf{V}_z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi \det(\mathbf{V}_z)}} \exp \left[-\frac{1}{2} (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m)^T \mathbf{V}_z^{-1} (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m) \right] \quad (3.8)$$

Maximizar a função acima é o mesmo que minimizar a função:

$$F_{obj}(\boldsymbol{\theta}) = (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m)^T \mathbf{V}_z^{-1} (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m) \quad (3.9)$$

Se os experimentos são realizados de forma independente, os termos da matriz de covariância \mathbf{V}_z que correlacionam as variáveis de diferentes experimentos são nulos e, assim, pode-se reescrever a função objetivo como (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007):

$$F_{obj}(\boldsymbol{\theta}) = \sum_{i=1}^{NE} (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m)^T \mathbf{V}_z^{-1} (\mathbf{z}^e - \mathbf{z}^m) \quad (3.10)$$

onde i denota o experimento e NE o número total de experimentos.

Admitindo-se que os desvios nas variáveis independentes e dependentes não estão correlacionados, pode-se escrever a função objetivo da seguinte forma (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007):

$$F_{obj}(\boldsymbol{\theta}) = \sum_{i=1}^{NE} (\mathbf{y}_i^e - \mathbf{y}_i^m(\mathbf{x}_i^m, \boldsymbol{\theta}))^T \mathbf{V}_y^{-1} (\mathbf{y}_i^e - \mathbf{y}_i^m(\mathbf{x}_i^m, \boldsymbol{\theta})) + \sum_{i=1}^{NE} (\mathbf{x}_i^e - \mathbf{x}_i^m)^T \mathbf{V}_x^{-1} (\mathbf{x}_i^e - \mathbf{x}_i^m) \quad (3.11)$$

onde \mathbf{x}^e e \mathbf{x}^m são vetores com os valores das variáveis independentes medidos experimentalmente e otimizados respectivamente; \mathbf{y}^e e \mathbf{y}^m são vetores contendo os valores das variáveis dependentes medidos experimentalmente e calculados pelo modelo respectivamente; $\boldsymbol{\theta}$ é o vetor dos parâmetros do modelo; e \mathbf{V}_x e \mathbf{V}_y representam as matrizes de covariância dos desvios experimentais relacionados às variáveis independentes e às variáveis dependentes respectivamente.

É interessante observar que a eq. (3.11) mostra de forma clara que os desvios em ambas as variáveis podem ser considerados durante a estimação de parâmetros. Entretanto, verifica-se que os valores de \mathbf{y}^m são calculados a partir de um modelo,

dados os parâmetros θ e as variáveis independentes x^m . Geralmente, os desvios nas variáveis independentes são descartados, já que estas variáveis podem ser controladas com certa precisão (Schwaab, 2005). Assim, o segundo termo da direita da eq. (3.11) é nulo, resultando na seguinte expressão:

$$F_{obj}(\theta) = \sum_{i=1}^{NE} (y_i^e - y_i^m(x_i^m, \theta))^T V_y^{-1} (y_i^e - y_i^m(x_i^m, \theta)) \quad (3.12)$$

Se as medidas das variáveis dependentes são realizadas de forma a não haver correlação entre elas, isto é, se os desvios entre as variáveis dependentes não estão correlacionados, a função objetivo pode ser reescrita na forma conhecida como função de mínimos quadrados ponderados (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007):

$$F_{obj}(\theta) = \sum_{i=1}^{NE} \sum_{j=1}^{NY} \frac{(y_{ij}^e - y_{ij}^m(x_i^m, \theta))^2}{\sigma_{y_{ij}}^2} \quad (3.13)$$

onde NY é o número de variáveis dependentes e $\sigma_{y_{ij}}^2$ é a variância associada à medida da variável dependente j no experimento i .

Considerando que o erro das variáveis dependentes é constante, ou seja, equivalente em todas as condições experimentais, pode-se simplificar a eq. (3.13) obtendo assim a função objetivo de mínimos quadrados (Bard, 1974):

$$F_{obj}(\theta) = \sum_{i=1}^{NE} \sum_{j=1}^{NY} (y_{ij}^e - y_{ij}^m(x_i^m, \theta))^2 \quad (3.14)$$

3.5.5.2. Minimização da função objetivo

Uma vez definida a função objetivo, a etapa seguinte é a sua minimização. A minimização consiste na busca de um conjunto de parâmetros onde a função atinja o menor valor possível (Schwaab, 2005).

A princípio, a minimização da função objetivo pode ser feita por qualquer método de otimização e o seu resultado não deveria influenciar no procedimento de estimação, já que o mínimo da função objetivo independe do método usado para encontrá-lo. Porém, fatos como a frequente não linearidade dos modelos, a presença de mínimos locais e a alta correlação entre os parâmetros podem tornar a minimização da função objetivo uma tarefa nada fácil. Assim, a escolha adequada do método pode ser determinante para o sucesso do procedimento de estimação de

parâmetros (Schwaab, 2005; Schwaab & Pinto, 2007). Existem diversos métodos de otimização, os quais podem ser classificados em diferentes categorias. Dentre as possíveis classificações pode-se destacar a divisão geral dos métodos de otimização em analíticos e numéricos (Himmlblau, 1972).

Os métodos analíticos consistem no uso de técnicas clássicas do cálculo diferencial e cálculo das variações, buscando os pontos onde as derivadas são nulas. Na estimação de parâmetros, a implementação de métodos analíticos é viável no caso onde a função objetivo não considera os desvios nas variáveis independentes e quando o modelo é linear nos parâmetros. Entretanto, os modelos geralmente usados na engenharia são não lineares (Schwaab, 2005).

Os métodos numéricos utilizam procedimentos iterativos para a otimização do problema. São tradicionalmente os mais empregados para a minimização da função objetivo da estimação de parâmetros, pois são capazes de resolver problemas não lineares e de grande dimensão (Schwaab, 2005). Os métodos numéricos podem ser divididos em determinísticos e estocásticos. Pragmaticamente, um método determinístico associa a cada pergunta sempre uma mesma resposta, enquanto métodos estocásticos associam a cada pergunta um conjunto de respostas possíveis, com diferentes probabilidades (Schwaab & Pinto, 2007).

As principais qualidades dos métodos determinísticos são a rápida convergência e a alta precisão dos valores obtidos. Entretanto, a necessidade de cálculos complexos como a das derivadas, a inversão da matriz Hessiana e/ou as dificuldades associadas à necessidade de uma estimativa inicial dos parâmetros podem tornar o emprego deste grupo de métodos inviável (Schwaab, 2005).

3.5.5.3. Interpretação estatística dos resultados

O procedimento de estimação de parâmetros não termina após a minimização da função objetivo. Uma etapa fundamental é a interpretação estatística dos resultados obtidos. Esta avaliação permite analisar se o modelo é adequado, além de revelar a qualidade dos parâmetros estimados e das predições obtidas (Brandão, 2014; Schwaab & Pinto, 2007).

3.5.5.4. Estudos anteriores

Como apresentado anteriormente, a qualidade da predição nos métodos numéricos dependem de uma boa estimativa inicial dos parâmetros. Com isso, a seguir apresenta-se um breve resumo de resultados de diferentes pesquisas que usaram dos modelos constitutivos previamente relatados para a avaliação do comportamento mecânico. Resultados para diferentes temperaturas, taxas de deformação e polímeros são destacados.

A Tabela 3.4 apresenta os parâmetros obtidos mediante a implementação do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas (eq. (3.1)) para diferentes tipos de carregamentos, como tração uniaxial e compressão uniaxial, e para diversos polímeros, como o polietileno (PE), o polipropileno (PP), o polioximetileno (POM) e a poliamida 6-6 (PA66) (Duffo et al., 1995; G'Sell, 1988; G'Sell et al., 1992; G'sell et al., 1983; G'Sell & Jonas, 1981; Haudin et al., 1995; Lemaitre, 2001; Marquez-Lucero et al., 1989a). Como nenhum pico de tensão foi observado durante o escoamento, em todos os trabalhos destacados a forma simplificada do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas ($\sigma = K_p[1 - \exp(-w\varepsilon)]\exp(h\varepsilon^n)(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_o)^m$) foi empregado. Sabe-se que m e w não são constantes e variam de acordo com a temperatura de ensaio (T) e a taxa de deformação ($\dot{\varepsilon}$). Entretanto, quando as variações são pequenas, um valor médio de m e w não leva a grandes discrepâncias de ajuste. Assim, para o PE, os diferentes valores de m e w apresentados na Tabela 3.4 correspondem a variações da $\dot{\varepsilon}$. Enquanto, para os outros polímeros, os valores apresentados por esses coeficientes correspondem à média dos valores obtidos para diversas $\dot{\varepsilon}$.

As Tabelas 3.5 e 3.6 apresentam os valores dos parâmetros encontrados para o policarbonato (PC) quando submetido a tração uniaxial a 20°C, mediante a aplicação do modelo aditivo θ (eq. (3.2)) e do modelo diferencial de G'Sell-Jonas (eq. (3.7)), respectivamente (Bisilliat & Billion, 1998; G'Sell & Jonas, 1981; Lemaitre, 2001). É importante destacar, que as equações foram capazes de descrever o comportamento em tensão-deformação sob tensão uniaxial, incluindo o pico de tensão característico da transição do escoamento nos polímeros semicristalinos (Lemaitre, 2001).

Tabela 3.4. Parâmetros reológicos para o modelo multiplicativo de G'Sell (eq. (3.1)) para diferentes tipos de polímeros e carregamentos) (Duffo et al., 1995; G'Sell, 1988; G'Sell et al., 1992; G'sell et al., 1983; G'Sell & Jonas, 1981; Haudin et al., 1995; Lemaitre, 2001; Marquez-Lucero et al., 1989b).

Polímero	Ensaio	Temperatura (°C)	K_p (MPa)	w	h	m
PE	Tração	-20	65	45	0,48	0,030
				68		0,050
		22	46	22	0,41	0,090
				50		0,060
		60	25	20	0,43	0,100
				30		0,050
PP	Tração	20	63,6	31	0,52	0,082
		80	17,4	32	0,36	0,047
		110	9,1	33	0,39	0,029
		130	7,5	26	0,45	0,040
		150	4,5	23	0,40	0,034
POM	Compressão	115	70,3	34	0,05	0,110
		165	10,3	45	0,10	0,056
PA 66	Compressão	25	122	22	0,10	0,021
		100	70	7	0,10	0,021
		230	23	15	0,10	0,021

A Tabela 3.6 apresenta os valores dos parâmetros obtidos mediante a implementação do modelo aditivo de G'Sell-Jonas (eq. (3.5)) para diferentes tipos de polímeros, como a poliamida 6,6 (PA66), poliamida 6 (PA 6), policloreto de vinila (PVC), polipropileno (PP), polietileno de alta densidade (PEAD), politetrafluoretileno (PTFE) e polietileno de baixa densidade (PEBD), quando submetidos a tração uniaxial a 22°C e a uma taxa de deformação fixa de 10^{-3}s^{-1} (G'Sell & Jonas, 1981).

Tabela 3.5. Modelo aditivo θ (eq. (3.2)) aplicado para descrever o comportamento mecânico do PC a 20°C em tração uniaxial (Bisilliat & Billion, 1998).

K (MPa)	a (K ⁻¹)	θ	w	h	m	K_s (MPa)
5,33	749	270	110	1,8	0,041	0,9

Tabela 3.6. Modelo diferencial de G'Sell-Jonas (eq. (3.7)) aplicado para descrever o comportamento mecânico do PC a 20°C em tração uniaxial (G'Sell & Jonas, 1981; Lemaitre, 2001).

E (MPa)	W/k	σ_e^* (MPa)	ϵ_e^*	K_1 (MPa)	K_2 (MPa)
2300	38,7	65	0,05	60	-80

Tabela 3.7. Parâmetros obtidos por meio da implementação do modelo aditivo de G'Sell-Jonas (eq. (3.5)) para diferentes tipos de polímeros sob tração uniaxial a 22°C e taxa de deformação fixa de 10^{-3}s^{-1} (G'Sell & Jonas, 1981).

Polímero	K_p (MPa)	$v_a(\text{nm}^3)$	$\dot{\epsilon}_o(T)(\text{s}^{-1})$
PA 66	16,8	2,0	$1,05 \times 10^{-24}$
PA 6	11,0	1,5	$1,46 \times 10^{-14}$
PVC	14,0	3,1	$9,84 \times 10^{-22}$
PP	4,20	2,8	$4,51 \times 10^{-14}$
PEAD	2,40	2,1	$1,92 \times 10^{-9}$
PTFE	2,20	4,7	$3,04 \times 10^{-10}$
PEBD	2,20	4,0	$7,62 \times 10^{-8}$

É importante ressaltar que a aplicação de todos os modelos aqui descritos nos diferentes trabalhos resultaram em um bom ajuste aos dados experimentais, relato nos diferentes trabalhos, permitindo assim a avaliação do comportamento mecânico de diferentes polímeros sob inúmeras condições.

Apesar do relato do bom ajuste da implementação do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee (eq. (3.6)) (Amoedo & Lee, 1992; Stokes & Krajcinovic, 1987) para descrever o comportamento mecânico de polímeros, os trabalhos que apresentam a equação e os seus resultados deste modelo não discriminam os valores

obtidos para os parâmetros do material. Assim, nesta seção, os possíveis valores de ajuste para os parâmetros do modelo de Vest-Amoedo-Lee não são apresentados.

4 Materiais e Métodos Experimentais

A Figura 4.1 ilustra a metodologia experimental seguida no presente estudo. Para facilitar a visualização e o entendimento, o fluxograma foi dividido em caixas maiores retangulares, de bordas tracejadas, que representam as etapas seguidas, e em caixas menores retangulares, de bordas contínuas, que indicam as principais ações, parâmetros e subresultados envolvidos em cada etapa. O fluxograma é disposto horizontalmente em três linhas de forma proposital, dividindo as etapas em: (i) “pré-ensaio”, (ii) “ensaio” e (iii) “análise dos resultados”. O grupo de etapas de “pré-ensaio” compreende etapas preparativas que não resultam em dados experimentais diretos, como a preparação do corpo de prova, a seleção dos equipamentos para a CID e o posicionamento e alinhamento dos diversos componentes. Embora não gere dados diretos, essa etapa possui grande efeito sobre os resultados. Por outro lado, o grupo de etapas de “ensaio” é formado pelas etapas que resultam em dados experimentais efetivos, podendo ainda ser subdividida em dois blocos. O primeiro corresponde a toda a parte de aquisição, processamento e correlação das imagens digitais, que ao final é capaz de fornecer o campo de deformação ao longo do tempo. O segundo está associado puramente a aplicação do carregamento, que no presente estudo é o ensaio de tração, onde por meio da célula de carga consegue-se obter os dados de tensão ao longo do tempo. De posse do campo de deformação e da tensão ao longo do tempo, se é capaz de levantar a curva tensão-deformação, principal objeto de estudo do presente trabalho. De posse da curva tensão-deformação chega-se ao grupo de etapas de (iii) “análise dos resultados”, em que se avalia o comportamento mecânico dos materiais, sendo os diferentes modelos constitutivos testados e avaliados.

Discorre-se nas seções subsequentes cada etapa destacada no fluxograma, assim como descreve-se as ações, parâmetros e subresultados envolvidos em cada uma dessas.

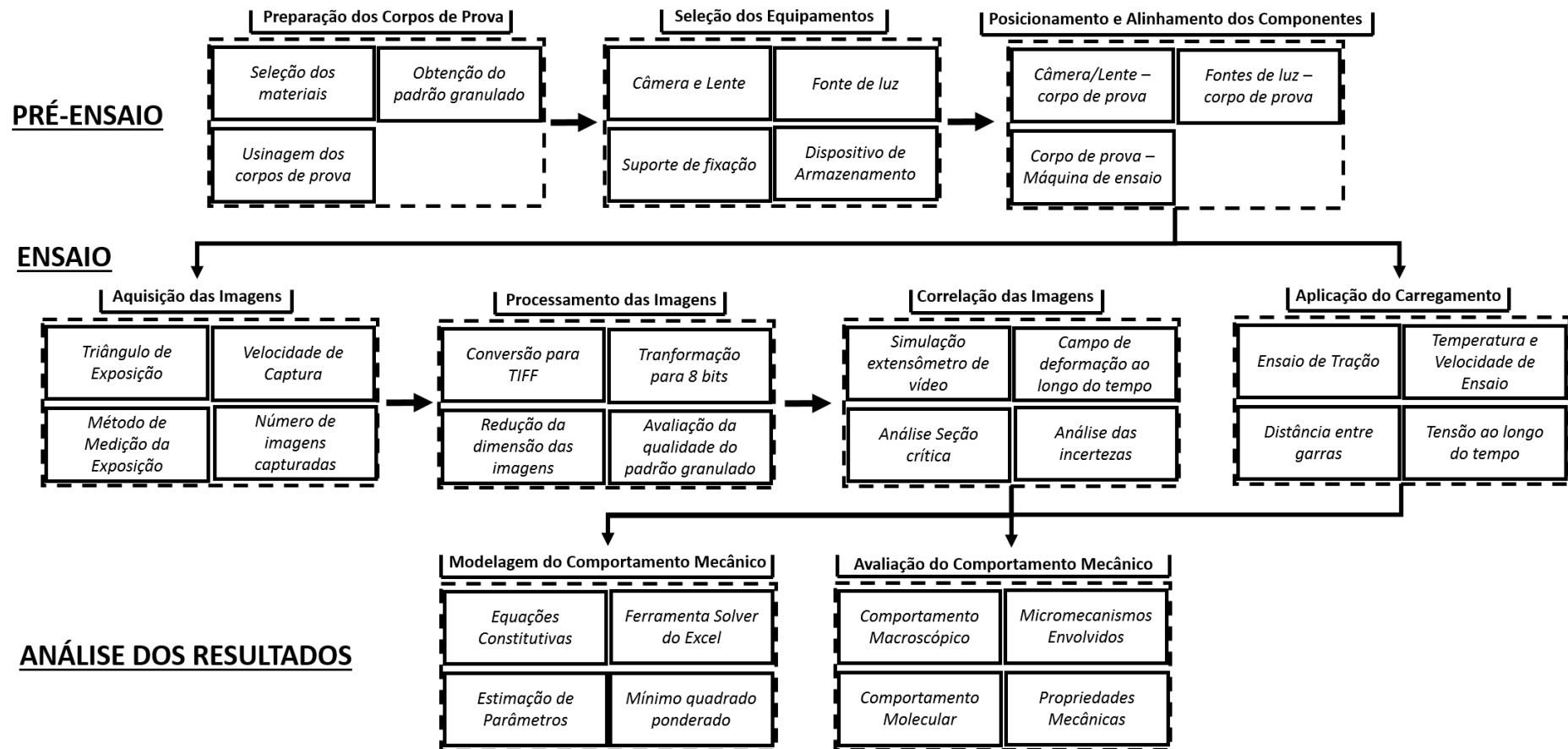


Figura 4.1. Fluxograma da metodologia experimental adotada no presente estudo. Os retângulos maiores de bordas tracejadas representam cada etapa seguida e os retângulos menores de bordas contínuas indicam as principais ações, parâmetros e subresultados envolvidos em cada etapa.

4.1. Preparação dos corpos de prova

Com o objetivo de analisar o comportamento mecânico geral apresentado pelos polímeros termoplásticos, três polímeros foram selecionados para ensaio, a saber: polietileno de alta densidade (PEAD), polipropileno (PP) e policloreto de vinila (PVC). Além de representarem uma alta parcela do volume total de polímeros comercializados mundialmente, os três materiais são responsáveis pela maior parte da produção e aplicação dos termoplásticos. Cada um dos polímeros escolhidos apresentam características peculiares de estrutura molecular e cristalinidade, reforçando a abrangência do presente estudo.

Os materiais poliméricos, PEAD, PP e PVC, foram adquiridos da empresa *Incomplast* no formato de chapas retangulares com dimensão 2 x 1 m e espessura de 1 mm. Das placas, um total de 21 corpos de prova foi usinado no formato gravatinha de acordo com a norma ASTM D638. A Figura 4.2 ilustra a forma, enquanto que a Tabela 4.1 descreve as dimensões dos corpos de prova fabricados.

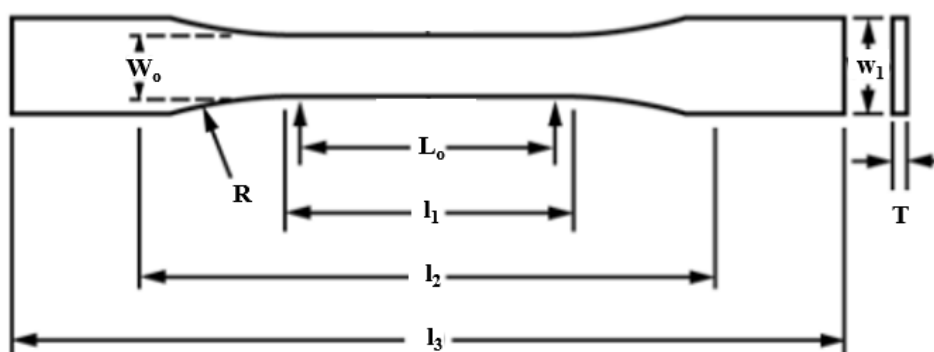


Figura 4.2. Corpo de prova do tipo gravatinha com as especificações das dimensões de acordo com a norma ASTM D638.

O uso da técnica CID requer que a superfície do corpo de prova exiba uma textura granulada aleatória e, de preferência, de alto contraste. Nenhum dos corpos de prova usinados apresentavam uma superfície com tais características. Os corpos de prova produzidos de PEAD e PP exibiam uma superfície lisa, translúcida e branca, enquanto os de PVC apresentavam uma superfície lisa, opaca e branca. Com isso, o método de pintura por spray foi empregado para o alcance da textura ideal. Nos primeiros testes de adesão e contraste, as tintas em spray *Colorgin Plástico Branco* e *Suvinil Multiuso Escuro* foram usadas. De maneira a evitar regiões de destaque posteriores com a iluminação, desencadeando possíveis problemas ao

processo de correlação das imagens e consequente prejuízo a precisão dos resultados, ambas as tintas empregadas eram foscas.

Tabela 4.1. Dimensões dos corpos de prova produzidos baseados na norma ASTM D638.

Especificação	Dimensão [mm]
Largura total (w_1)	15
Comprimento total (l_3)	115
Comprimento da seção estreita (l_1)	33
Comprimento da seção útil (L_o)	30
Largura da seção útil (W_o)	8
Distância entre garras (l_2)	70
Raio de adoçamento (R)	14
Espessura (T)	1

É de conhecimento geral, que a limpeza da superfície antes da aplicação da tinta é de suma importância para sua adesão. Com isso, primeiramente os corpos de prova foram limpos com acetona. Posteriormente, cobriu-se a seção útil e parte da cabeça dos corpos de prova com tinta branca. Após 3 horas, tempo mínimo especificado no rótulo do produto para a secagem, a tinta em spray preta foi pulverizada a uma distância de aproximadamente 25 cm da superfície. Diversos passes foram dados até que a densidade de pontos desejada sobre a superfície fosse alcançada de modo a obter um padrão granulado isotrópico, homogêneo e de alto contraste. Após 12 horas, tempo mínimo para a secagem da tinta preta, especificado no rótulo, os corpos de prova foram ensaiados à tração. É importante lembrar que quanto maior o tempo de secagem, maior a probabilidade de fragilização da tinta sob carregamento. Por isso, procurou-se sempre dar o tempo mínimo especificado para a secagem, no qual o manuseio já era possível.

Mesmo com todos os cuidados relatados de limpeza, pulverização, secagem e manuseio, o padrão granulado resultante não apresentou a adesão e tenacidade necessárias em altas deformações, descolando-se da superfície do corpo de prova e reduzindo-se a pó quando tracionado, impossibilitando qualquer análise subsequente.

Como os corpos de prova usinados apresentavam naturalmente uma superfície branca e opaca, no caso do PVC, e próximo a isto para o PEAD e PP, que eram translúcidos, decidiu-se desconsiderar a etapa de aplicação da tinta branca, saltando, após a limpeza do corpo de prova, diretamente para a pulverização da tinta preta. Respeitou-se os mesmos cuidados de limpeza, secagem e manuseio descritos anteriormente, alcançando ao final sobre a superfície um padrão granulado aleatório para todos os corpos de prova (Figura 4.3).

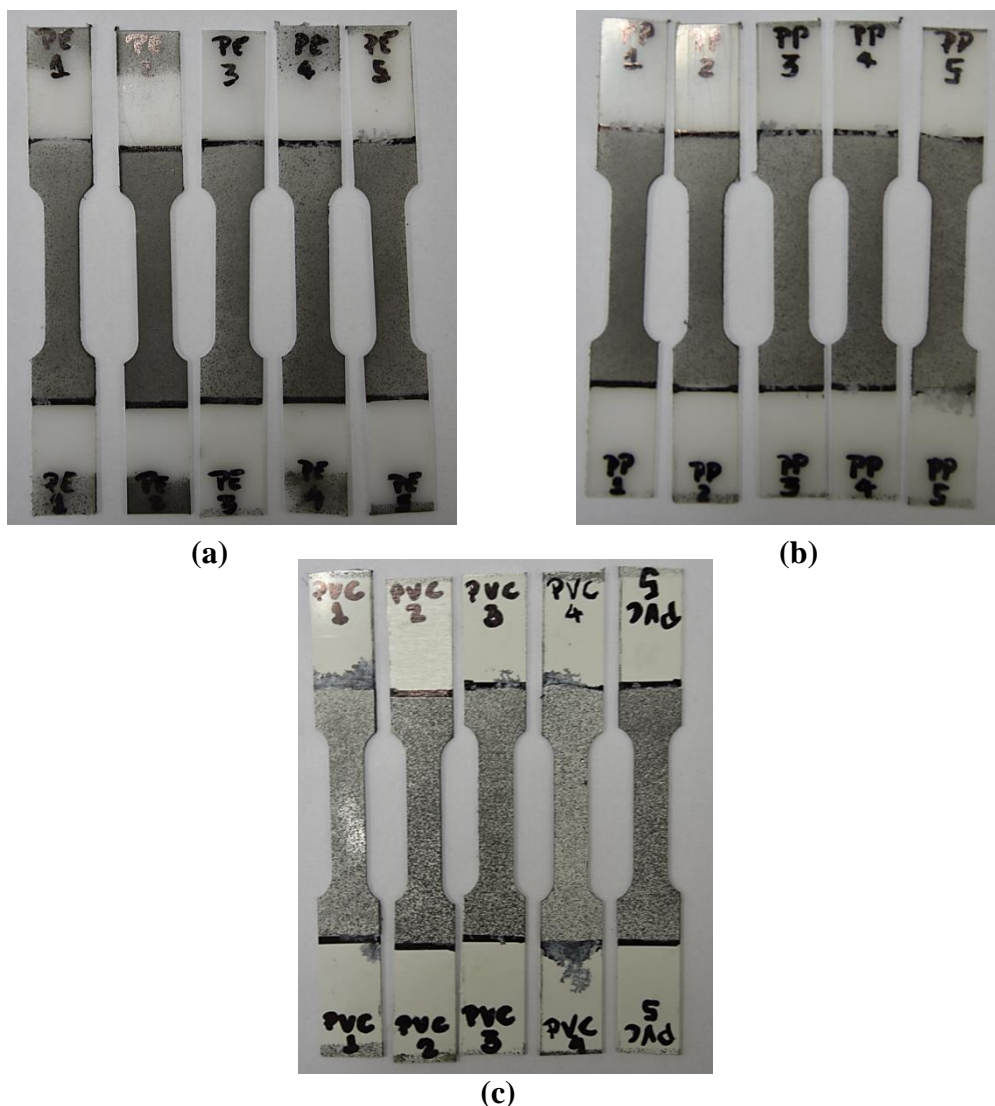


Figura 4.3. Padrão granulado alcançado na superfície de diferentes corpos de prova de (a) PEAD, (b) PP e (c) PVC, após pintura em spray.

Tentou-se ao máximo a reprodução de idêntico padrão em todos os corpos de prova. Entretanto, o controle sobre a pulverização foi difícil. Com isso, ao final, cada corpo de prova apresentou um padrão granulado singular. Como a tinta preta foi pulverizada cobrindo parcialmente o corpo de prova, as partículas aderidas a

superfície possuíram maior liberdade de movimentação conforme a deformação do corpo de prova. Assim, a falta de adesão e tenacidade exibidas anteriormente foram superadas, permanecendo o padrão granulado fixo e solidário a superfície do corpo de prova até em altas deformações. A textura alcançada foi suficiente para o processo de correlação das imagens, gerando ao final o campo de deformação, como será visto nas seções seguintes. Devido ao sucesso deste procedimento, esse foi adotado para todos os corpos de prova.

4.2. Seleção dos equipamentos

A obtenção de resultados acurados e precisos na CID está diretamente conectado a escolha de um sistema de aquisição adequado, isto é, câmera e lente. Tendo em conta um compromisso entre custo, flexibilidade de uso e qualidade da imagem, optou-se pela seleção de uma câmera DSLR semiprofissional e uma lente de distância focal variável (Figura 4.4).

Dentro do universo das câmeras fotográficas comerciais, as câmeras DSLR semiprofissionais são aquelas que apresentam um melhor equilíbrio entre os três pilares destacados. Permitem um maior controle criativo, ou seja, sobre os diversos parâmetros de aquisição, comparadas as câmeras compactas, e, apesar de não alcançarem semelhante qualidade da imagem final, comparadas as câmeras profissionais, são capazes de obter imagens adequadas para a análise CID (Gonzáles, 2010), sendo substancialmente mais baratas. A Tabela 4.2 apresenta alguns detalhes específicos da câmera *Nikon* D3400, selecionada para a aquisição das imagens. Em relação a qualidade da imagem final, embora possua um sensor *croppado* (DX) CMOS, é uma câmera capaz de entregar considerável resolução (24 megapixels) e permite o armazenamento das imagens em formato NEF, sem compressão e com uma profundidade de bits de 12 bits por pixel. Em relação a flexibilidade, oferece distintos modos de programação de disparo, possibilitando um controle total dos parâmetros que compõem o triângulo de exposição (sensibilidade ISO, abertura do diafragma e velocidade do obturador); é compatível com diversas mídias de armazenamento de última geração, viabilizando maior espaço e rapidez de armazenamento; possui fotômetro embutido, sendo capaz de medir a exposição por meio de diferentes métodos de acordo com a aplicação

desejada; e fornece velocidades de captura de até 5 fps (quadros por segundo), alta velocidade para os padrões das câmeras semiprofissionais.

Tabela 4.2. Especificações técnicas da câmera *Nikon D3400*.

Tipo	Câmera Digital Reflex de Objetiva Simples
Tipo de sensor	CMOS
Dimensões do sensor	DX(<i>croppado</i>): 23,5 mm x 15,6 mm
Pixels efetivos	24,2 milhões (24 megapixels)
Máxima resolução	6000 x 4000 pixels ²
Armazenamento - formato do arquivo	NEF (RAW): 12 bits, JPEG: com compressão <i>fine</i> , <i>normal</i> ou <i>basic</i>
Armazenamento - mídia	SD, SDHC e SDXC (compatíveis com UHS-I)
Velocidade de captura	Até 5 fps (<i>frames per second</i>)
Métodos de medição da exposição	Medção matricial, medição central ponderada e medição localizada
Modos de programação de disparo	Automático; automático com programa flxível (P), automático com prioridade ao obturador (S); automático com prioridade à abertura (A); manual (M)

A lente escolhida para o presente estudo foi a AF-S DX *Nikkor* 18-105 mm f/3,5-5,6 ED VR (Tabela 4.3). Custo e flexibilidade foram fatores determinantes para a seleção da lente. É uma lente para câmeras com sensor *croppado* (DX) e possui distância focal variável, o que permite a simulação de diferentes distâncias focais desde as grandes angulares (18 mm), fornecendo um amplo ângulo de visão e assim contemplando uma maior parte da cena, até as de longo foco (105 mm), resultando em um ângulo de visão mais estreito e assim maiores detalhes do objeto de interesse. Devido a singular montagem e qualidade dos elementos ópticos que a compõe, as lentes com magnificação fixa são capazes de fornecer melhor qualidade de imagem e maior abertura máxima. Entretanto, estas lentes são geralmente mais caras e fornecem apenas uma distância focal fixa, tendo sua aplicabilidade limitada. Apesar de ainda não alcançar a qualidade de imagem das lentes com magnificação fixa, os elementos do vidro ED (*Extra-low Dispersion* – Dispersão Super baixa) e da objetiva asférica da lente selecionada, conseguem garantir resolução e contrastes

elevados, ao mesmo tempo que minimizam a aberração esférica, o astigmatismo e outras formas de distorção, tornando a lente selecionada competitiva em qualidade.

Tabela 4.3. Especificações técnicas da objetiva AF-S DX *Nikkor* 18-105 mm f/3,5-5,6G ED VR.

Distância focal	18-105 mm
Abertura máxima	f/3,5-5,6
Abertura mínima	f/22-38
Construção da objetiva	15 elementos em 11 grupos (com um elemento de vidro ED e um elemento da objetiva)
Ângulo de visão	76°-15°20'



(a)



(b)

Figura 4.4. (a) Câmera DSLR semiprofissional *Nikon* D3400 e (b) lente com distância focal variável AF-S DX *Nikkor* 18-105 mm f/3,5-5,6G ED VR.

Apesar de não serem referenciados como componentes primários do sistema de aquisição, a iluminação, o suporte de fixação e o dispositivo de armazenamento podem influenciar significativamente na aquisição e qualidade das imagens.

Uma boa iluminação é tão importante quanto a presença do padrão granulado nos corpos de prova. Embora muita das vezes afirme-se que a técnica CID pode ser empregada sem um cuidado especial com a iluminação, o contraste da imagem e o nível de ruído, que estão intimamente conectados a precisão e a acurácia dos resultados, são dois fatores que podem ser melhorados com o uso de fontes de luz adequadas. Com isso duas lâmpadas *SuperLED* da *Ourolux* com potência de 8 W e cor branca fria 6500 K foram empregadas. Basicamente garantiu-se que uma boa iluminação e contraste fossem alcançados nas imagens, sem sombras, reflexos ou gradientes de iluminação nos corpos de prova. É de conhecimento geral que as

lâmpadas de LED são capazes de fornecer uma mesma quantidade de luz que as lâmpadas incandescentes e fluorescentes consumindo menos energia e irradiando menos calor. Com isso, e considerando o frequente posicionamento direto da fonte de luz no corpo de prova, o emprego de lâmpadas de LED é quase unânime em estudos com a técnica CID, onde gradientes de temperatura podem gerar deformações artificiais no corpo de prova ou ainda modificar por completo o comportamento do material, em especial os polímeros, que podem ser sensíveis a pequenas variações de temperatura.

Além da dependência da qualidade de todo o sistema de aquisição de imagens, a precisão e a acurácia dos resultados também estão conectadas ao correto posicionamento e estabilidade da câmera e lente. Com isso, um suporte de fixação foi desenvolvido para o conjunto câmera e lente. Procurou-se produzir um suporte de bancada que maximiza-se a estabilidade e permitisse ainda certa regulagem e flexibilidade do conjunto de aquisição. Um desenho esquemático do suporte é apresentado na Figura 4.5a. Pode-se perceber que a geometria do suporte produzido é simples, sendo este basicamente formado por duas partes: (i) uma base retangular sólida, capaz de fornecer o máximo número de pontos de apoio possível garantindo uma boa estabilidade, e (ii) uma barra vertical com diversos furos, permitindo certo ajuste do conjunto câmera e lente quando conectada por uma presilha semelhante à da Figura 4.5b. Visando facilitar o manuseio, o suporte foi todo feito em alumínio. Devido a forma geométrica simples e o baixo número de componentes, a presença de folgas e deslocamentos relativos foi minimizada, maximizando ainda mais a estabilidade e garantindo um correto posicionamento do sistema de aquisição

Após as imagens serem capturadas pela câmera, estas devem ser armazenadas para posteriormente serem processadas, fornecendo assim, ao final, os resultados desejados. Embora frequentemente passem despercebidas, as características dos dispositivos de armazenamento podem ser de suma importância para a viabilidade da técnica CID, assim como, para a precisão e acurácia dos resultados. Deve-se lembrar que as imagens capturadas são arquivos digitais formados por milhares de bits e bytes, portanto necessitam de um espaço razoável para o seu armazenamento e quando armazenadas ou transferidas levam certo tempo para a conclusão da ação. Com isso, em ensaios de longa duração e que requerem uma taxa de captura muito alta, o espaço requerido para o armazenamento das imagens pode ser demasiadamente grande, assim como a necessidade do rápido armazenamento ou

transferência, de forma a manter a constante captura das imagens. Desse forma, o dispositivo de armazenamento deve ser capaz de oferecer grande quantidade de espaço livre e altas taxas de transferência. Com base nestes requisitos, o cartão de memória *SanDisk SDHC Extreme Pro* de classe 10 UHS-I com 32 GB de espaço livre para armazenamento e taxas de transferência que podem alcançar até 95 MB/s foi selecionado.

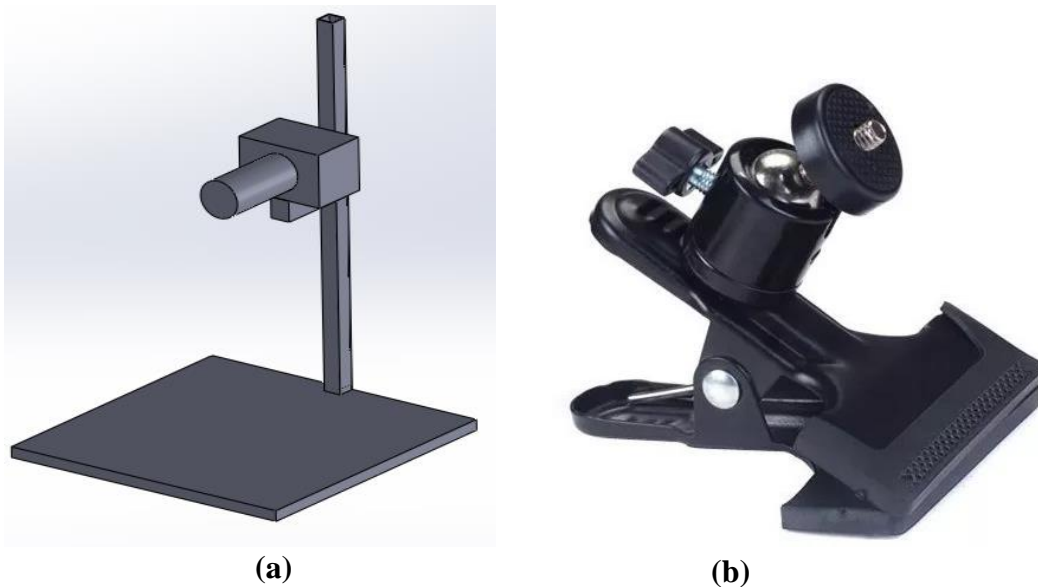


Figura 4.5. (a) Ilustração do suporte de fixação desenvolvido para o sistema de aquisição de imagem (câmera e lente) formado basicamente por uma base retangular de 20 cm de largura e 30 cm de comprimento, e uma coluna seção quadrada com 60 cm de altura e área de seção transversal de aproximadamente 4 cm². (b) Presilha usada para ajustar o sistema de aquisição ao suporte de fixação.

4.3. Alinhamento e posicionamento dos diversos componentes

O correto alinhamento e posicionamento dos diversos dispositivos que compõem o sistema de CID é de grande efeito sobre os resultados. Das relações geométricas necessárias entre todos os componentes pode-se destacar as formadas entre o (i) conjunto câmera e lente com o corpo de prova, (ii) corpo de prova com a máquina de ensaio e (iii) fontes de luz com o corpo de prova.

Quando se conta com apenas uma única câmera para realizar as medições, como na CID 2D, um cuidado especial deve ser tomado quanto ao posicionamento do conjunto câmera e lente com o corpo de prova. A câmera deve ter seu eixo óptico posicionado perpendicularmente a superfície do corpo de prova, mitigando

possíveis efeitos causados por deformações artificiais que possam surgir devido a movimentação fora do plano, e alinhado ao centro da região de interesse do corpo de prova, minimizando a contribuição de possíveis distorções da lente que aumentam a medida que se afasta do centro da imagem.

Para o posicionamento correto do conjunto câmera e corpo de prova um procedimento foi criado. Como o corpo de prova é fixo entre as garras, e essas se deslocam paralelamente a coluna da máquina de ensaio, que por sua vez é perpendicular à superfície da bancada, sabe-se que o correto posicionamento da câmera é atingido quando o seu eixo óptico cumpre três relações geométricas: (i) é paralelo a bancada, (ii) está alinhado ao centro da região de interesse e (iii) é perpendicular à superfície do corpo de prova.

O paralelismo entre câmera e bancada pode ser facilmente obtido por meio do uso de um nível bolha. No presente estudo o nível bolha foi fixado no suporte superior da câmera, sendo o paralelismo alcançado quando se conseguiu centralizar a bolha na marcação circular do nível, como mostrado na Figura 4.6.



Figura 4.6. (a) Nível bolha empregado, (b) sua fixação no encaixe superior da câmera e (c) sua configuração quando o correto posicionamento é alcançado.

Para o alinhamento da câmera com o centro da região de interesse o *software DigiCamControl* foi empregado. O *software DigiCamControl* permite um controle total das funcionalidades da câmera via computador, inclusive reproduzindo, em tempo real, a imagem capturada pelo sensor. O *software* ainda possui funcionalidades adicionais de processamento de imagem, que incluem a possibilidade do emprego de marcações sobre a imagem capturada, como grades, linhas e pontos de simetria. Assim, com o corpo de prova fixado entre as garras, aproximadamente na posição de ensaio desejada, a altura da câmera foi ajustada no suporte de fixação até que o ponto central da imagem capturada coincidissem com o centro da região de interesse.

A perpendicularidade entre câmera e superfície do corpo de prova foi garantida por meio do método descrito por Gao et al. (2016). Esse procedimento faz uso apenas de um laser com pulso constante e um espelho. Primeiramente, o laser foi fixado na parte superior da câmera por meio de uma braçadeira de velcro e o espelho foi posicionado, entre as garras, na mesma posição em que se encontrava o corpo de prova. Com o foco na superfície do vidro, ajustou-se cuidadosamente a câmera de forma que o ponto do laser refletido pelo espelho coincidissem com o centro do espelho, assim como o centro da imagem capturada. Certificando-se que o ponto do laser se torna único na imagem capturada, ou seja, que a luz incidente e refletida coincidem, garante-se a perpendicularidade entre o eixo óptico da câmera e a superfície do corpo de prova. No arranjo experimental usado, a distância entre o centro da câmera e o eixo óptico do laser ($e \cong 20\text{ mm}$) era muito menor que a distância até o corpo de prova ($l \cong 300\text{ mm}$) (Figura 4.7). Com isso, quando o ponto do laser estava no centro da imagem capturada, o ângulo entre o eixo óptico da câmera e o eixo óptico do laser (θ) era menor que $0,07\text{ rad}$ (4°). Assim, pode-se assumir que o eixo óptico da câmera era paralelo ao eixo óptico do laser. Dadas as relações geométricas entre os componentes: o eixo óptico da câmera era paralelo ao eixo óptico do laser, o eixo óptico do laser era perpendicular à superfície do espelho e a superfície do espelho ocupava o mesmo lugar geométrico que a superfície do corpo de prova, então pode-se garantir que o eixo óptico da câmera era perpendicular à superfície do corpo de prova.

Em comparação ao posicionamento do conjunto câmera e lente com o corpo de prova, as relações geométricas que devem ser satisfeitas para o alinhamento entre corpo de prova e máquina de ensaio são bem mais simples. Aliás, uma única relação

precisa ser satisfeita: deve-se garantir que o eixo central do corpo de prova esteja alinhado ao carregamento uniaxial promovido pela máquina. Desta forma, qualquer tendência de movimentação fora do plano, devido aos efeitos de flexão, é minimizada. Assim como na centralização da câmera a região de interesse, as imagens capturadas em tempo real pelo *software DigiCamControl* foram usadas para o alinhamento do corpo de prova com o carregamento. Traçou-se uma reta dividindo o perfil da garra ao meio e outra dividindo o corpo de prova ao meio. O correto alinhamento foi obtido quando as duas linhas tornaram-se coincidentes. É importante destacar que além da especial atenção dada ao alinhamento do corpo de prova, teve-se cuidado também na fixação do corpo de prova por meio das garras, sendo o aperto delicadamente ajustado de modo a evitar deslizamento durante o ensaio e qualquer tensão residual.

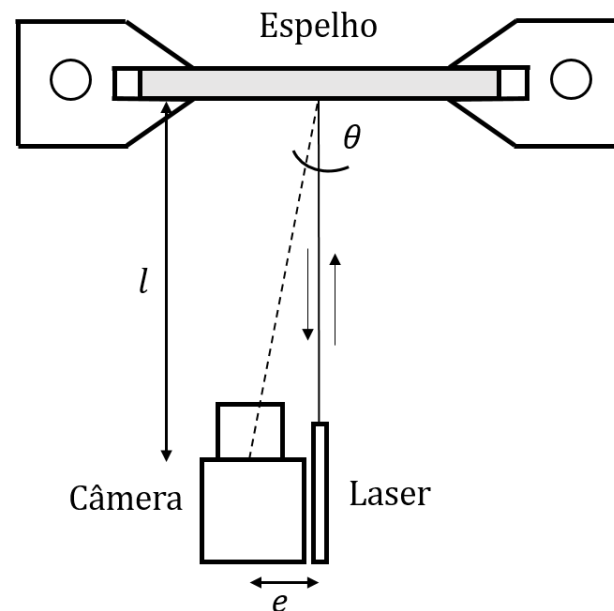


Figura 4.7. Arranjo experimental usado para garantir a perpendicularidade entre câmera e superfície do corpo de prova (adaptado de Gao et al. (2016)).

Além do alinhamento e posicionamento do conjunto câmera e lente com o corpo de prova e do corpo de prova com a máquina de ensaio, a distribuição das fontes de luz pode interferir na correta captura e qualidade final das imagens digitais. Como discutido na seção anterior, uma adequada iluminação pode suceder em um aumento da precisão e acurácia dos resultados. Uma boa iluminação geralmente está associada a planicidade, uniformidade e intensidade adequada da fonte luminosa. Para alcançar tais atributos, as duas lâmpadas LED selecionadas

foram dispostas simetricamente à frente da máquina de ensaio, tendo seus focos ajustados para as laterais da coluna da máquina, e com uma inclinação de 40° em relação a bancada. Com essa disposição foi possível alcançar uma boa difusão da luz sobre toda a área de ensaio, minimizando o aparecimento de qualquer região de destaque ou sombra sobre a superfície do corpo de prova. Evitou-se o direcionamento direto das fontes de luz sobre o corpo de prova por conta de possível superexposição de determinadas regiões.

As Figuras 4.8 e 4.9 ilustram o arranjo experimental obtido após o alinhamento e posicionamento adequado de todos os componentes. Enquanto que a Figura 4.8 apresenta uma imagem real do arranjo experimental obtido, a Figura 4.9 apresenta esquematicamente a vista superior e lateral, detalhando o posicionamento de cada componente.

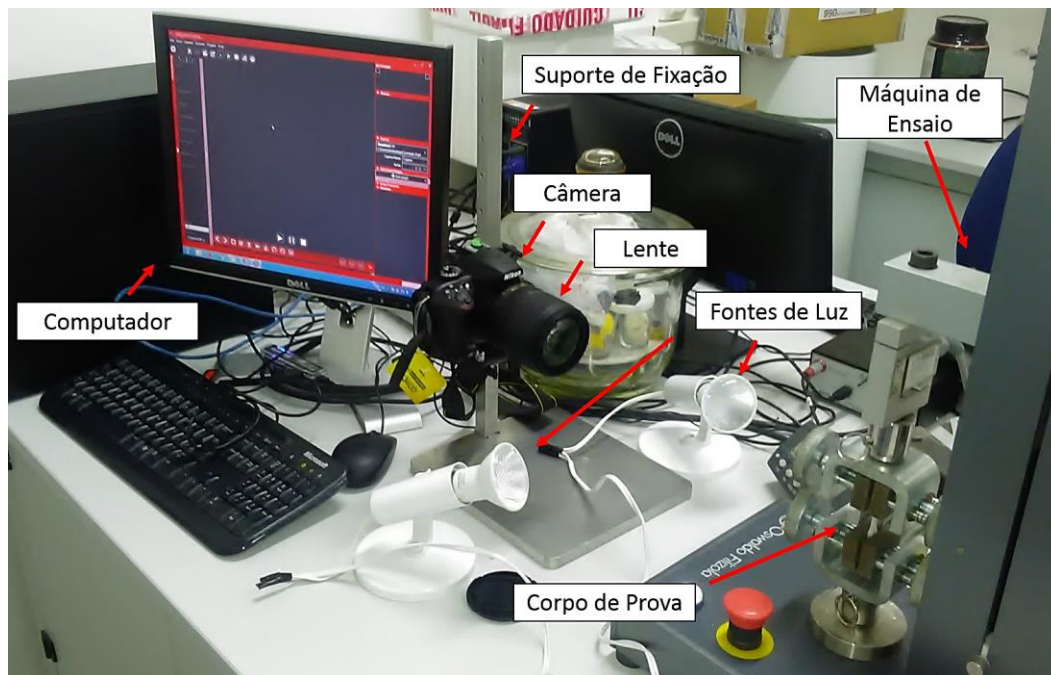


Figura 4.8. Arranjo experimental

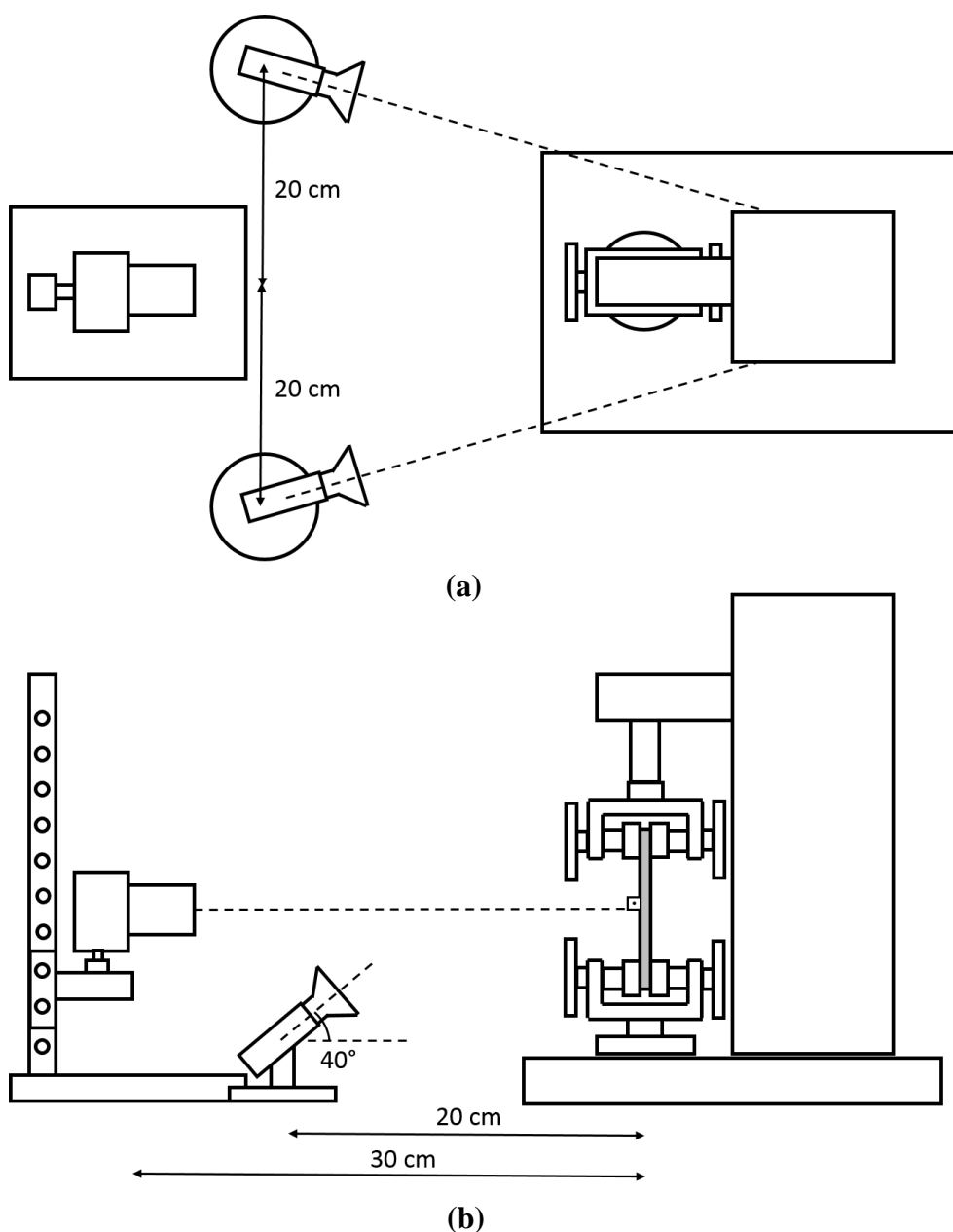


Figura 4.9. Desenho esquemático da (a) vista superior e (b) lateral do arranjo experimental após o correto alinhamento e posicionamento de todos os componentes.

4.4. Aplicação do carregamento

Dado a adequada preparação dos corpos de prova e o correto posicionamento e alinhamento dos componentes, os corpos de prova foram submetidos a tração. O ensaio de tração foi realizado na máquina de ensaio universal da *Oswaldo Filizola*, modelo monocoluna de mesa AME – 2kN com célula de carga com capacidade de 200 kgf, segunda a norma ASTM D638. O controle sobre todo o ensaio foi realizado por meio do *software DynaView Standard ProM*, possibilitando o registro da força

ao longo de todo o tempo de ensaio. Os corpos de prova foram submetidos a uma velocidade de ensaio constante de 10 mm/min a temperatura ambiente, em torno de 23°C, e umidade relativa de 50%. Visando melhorar o alinhamento e minimizar o efeito de possíveis folgas entre os componentes, uma pré-carga de até 30 N, muito inferior ao limite de proporcionalidade dos materiais testados, foi aplicada. Devido a captura das imagens, uma distância inicial entre garras de 70 mm foi adotada. Por meio de um paquímetro com precisão de 0,02 mm foram realizadas três medições de largura e espessura das seções úteis de cada corpo de prova, uma no centro, uma próxima da cabeça superior e outra próxima da cabeça inferior, para a determinação da área de seção transversal inicial (A_0).

É importante destacar que nem todos os materiais foram levados até a ruptura. Os corpos de prova de PVC foram os únicos a romper. Os corpos de prova de PP e PEAD exibiram enorme ductilidade, alcançando o alongamento máximo permitido pela máquina, fazendo com que o ensaio fosse forçadamente parado antes da ruptura. Como se desejava avaliar todo o comportamento mecânico dos polímeros testados, diversas configurações foram testadas a fim de se levar os materiais até a ruptura. Porém todas as configurações se mostraram falhas. Quando se tentou aumentar a velocidade de ensaio para adiantar a falha repentina do material, a taxa de deformação imposta foi tão alta que prejudicou a correlação das imagens. Era tal a deformação do padrão granulado, que a taxa de captura da câmera não foi capaz de acompanhar. Tentou-se também modificar as dimensões do corpo de prova. Entretanto quando se chegou a uma geometria que levasse a ruptura, encontrava-se tão longe das dimensões sugeridas pela norma, que os resultados obtidos teriam pouca validade significativa. Com isso as curvas de tensão-deformação associadas ao PEAD e PP mostradas no presente trabalho não refletem todo o comportamento desses materiais até a ruptura.

O ensaio de tração é um dos métodos mais comuns de testes físicos realizados em polímeros e é provavelmente a técnica mais usada para a determinação da curva tensão-deformação e das propriedades mecânicas (Singh, 2016). Este normalmente consiste na medição contínua da força desenvolvida quando o corpo de prova é submetido a um alongamento a uma taxa constante de deformação. A partir de dados de força *versus* alongamento pode-se calcular os dados de tensão-deformação, servindo o gráfico resultante para definir muitas propriedades úteis, incluindo módulo de elasticidade, limite de escoamento, tensão de ruptura e

deformação de ruptura (Turek, 1993). No entanto, a ocorrência precoce de estricção nos corpos de prova pode levar a uma inadequação da configuração tradicional de ensaio, uma vez que as curvas de tensão-deformação derivadas, na medida em que a deformação torna-se não homogênea, refletem apenas a evolução média dos corpos de prova, em vez do comportamento intrínseco do material.

Na configuração tradicional do ensaio de tração, os corpos de prova são caracterizados por sua seção transversal uniforme A_o e o comprimento útil inicial L_o . A velocidade de deslocamento das garras, também chamada de velocidade de ensaio, é normalmente mantida constante, levando a uma taxa constante de alongamento da amostra $L = dL/dt$. Os dados primários do ensaio de tração são, então, a carga P aplicada ao corpo de prova e o alongamento correspondente ($\Delta L = L - L_o$). As variáveis primárias carga P e alongamento ΔL podem ser divididas respectivamente pela área da seção transversal A_o e comprimento útil L_o iniciais, obtendo-se assim a tensão nominal, também chamada de tensão de engenharia, $\sigma_n = P/A_o$ e a deformação nominal, também chamada de deformação de engenharia, $\varepsilon_n = \Delta L/L_o$ (G'sell & Jonas, 1979).

Infelizmente, a determinação convencional dos dados de tração e sua apresentação na forma de σ_n e ε_n , embora obtidos diretamente dos experimentos, não descrevem adequadamente o comportamento físico do material (Rezgui et al., 2011). A inadequação surge do fato de que, neste equacionamento, a carga e o alongamento são referidos, respectivamente, à área de seção transversal e ao comprimento do corpo de prova iniciais e não aos seus valores atuais. Sabe-se que a seção do corpo de prova diminui ao longo do ensaio, com o aumento do alongamento, de modo que a tensão real refletida pelo material pode estar aumentando, enquanto que a tensão nominal permanece constante ou até mesmo diminui devido a sua definição em termos das dimensões iniciais do corpo de prova (Ward & Sweeney, 2011).

Assumindo que a deformação é homogênea ao longo de todo o comprimento do corpo de prova e que o volume do corpo de prova é constante, ou seja, o material é incompressível, a dificuldade acima pode ser superada usando as seguintes expressões que definem as chamadas tensão verdadeira σ_v (eq. (4.1)) e deformação verdadeira ε_v (eq. (4.2)):

$$\sigma_v = \frac{P}{A} = \left(\frac{P}{A_o}\right)\left(\frac{L}{L_o}\right) = \sigma_n(1 + \varepsilon_n) \quad (4.1)$$

$$\varepsilon_v = \int_{L_o}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_o} = \ln \left(\frac{\Delta L + L_o}{L_o} \right) = \ln(1 + \varepsilon_n) \quad (4.2)$$

Nestas equações A e L representam a área de seção transversal e o comprimento útil instantâneos da amostra, ou seja, medidos em cada instante de tempo. Apesar das relações acima representarem um primeiro passo para a descrição rigorosa do escoamento dos polímeros, em alguns casos, a curva tensão-deformação levantada pode não traduzir o comportamento mecânico intrínseco do material. As hipóteses de incompressibilidade do material e homogeneidade da deformação são questionáveis.

Embora a hipótese de incompressibilidade nos polímeros venha sendo criticada, a suposição de volume constante pode ser mantida como uma boa aproximação para inúmeros polímeros (Duffo et al., 1995; G'sell et al., 1983; G'sell & Jonas, 1979; Singh, 2016). A variação de volume nos polímeros é geralmente associada a duas fontes. Em baixas deformações, a magnitude de incompressibilidade é ditada pela contribuição elástica em relação a deformação total. É de conhecimento geral que o coeficiente de Poisson para polímeros na região elástica é da ordem de 0,35, ou seja, inferior ao valor requerido para a incompressibilidade ($\nu = 0,5$). Com isso, quando o polímero é deformado elasticamente, deformações transversais de diferente magnitude podem surgir no polímero, variando o seu volume. Entretanto a variação relativa do volume devido a esse efeito pode ser mínima, como relatado para o PE, em que esta é inferior a 2,5% (Duffo et al., 1995). Assim o erro relativo na determinação da tensão e deformação verdadeiras é pequeno e ainda diminui à medida que a deformação aumenta, pela diminuição da contribuição elástica em relação a deformação total, sendo incapaz de afetar significativamente o comportamento global dos polímeros (G'sell & Jonas, 1979). Em altas deformações, os danos estruturais induzidos pela deformação plástica podem ser os principais responsáveis pelo afastamento da hipótese de incompressibilidade. Como visto anteriormente no capítulo de conceitos fundamentais teóricos, enquanto o polímero é estirado, os cristalitos sofrem fragmentação, diminuindo assim a densidade local e consequentemente afetando o volume do material. Também é plausível, que vazios ou trincas apareçam

durante a deformação, devido à concentração microscópica de tensão nas regiões de fronteira entre as fases, contribuindo ainda mais para a diminuição da densidade local. Embora seja reconhecido que os efeitos dos danos estruturais sejam maiores do que a contribuição elástica, a variação resultante da densidade ainda é pequena e pouco significativa, permanecendo o volume quase constante durante todo o ensaio (G'sell et al., 1983).

Apesar da hipótese de incompressibilidade ser aceita como uma primeira boa aproximação para os polímeros, quando não verdadeira, causando desvios pequenos na curva tensão-deformação, o mesmo não se pode dizer da hipótese de homogeneidade da deformação. No ensaio de tração, a ocorrência da estrição é comum em polímeros. A estrição pode levar a diferentes valores de tensão e deformação em diferentes partes do corpo de prova. A localização do escoamento e a propagação deste ao longo de todo o eixo do corpo de prova levam a uma natureza não homogênea da deformação, tornando os resultados dados pelas eqs. (4.1) e (4.2) inadequados para a descrição do comportamento intrínseco do material. Embora os valores alcançados de σ_v e ε_v sejam inadequados para descrever o comportamento intrínseco retratado por muitos polímeros, devido a formação de regiões com distintas características ao longo do comprimento útil do corpo de prova, quando σ_v e ε_v são definidos em termos locais, como $\sigma_v = P/A$ e $\varepsilon_v = \lim_{(l_o \rightarrow 0)} \ln(l/l_o)$, onde l_o e l são os comprimentos inicial e atual de uma pequena fatia do corpo de prova localizada no ponto em que σ_v e ε_v são definidos, a inadequação anteriormente descrita pode ser superada (Duffo et al., 1995; G'sell & Jonas, 1979).

Procedimentos tradicionais de ensaio usados para a determinação da deformação, como o uso do deslocamento da garra baseado na velocidade de ensaio ou mesmo o emprego de extensômetros, como os *clip-on* ou pontuais, são incapazes de fornecerem um valor de deformação local adequado. Recentemente, a técnica de correlação de imagens digitais está sendo empregada, com sucesso, para a descrição do comportamento intrínseco sofrido pelos polímeros (Fang et al., 2009; Singh, 2016). Como a deformação pode ser considerada homogênea dentro de um único componente da malha, a definição local dada pela equação da deformação pode ser facilmente aplicada, sendo o comportamento da região de interesse, como de todo o corpo de prova, facilmente caracterizado e descrito pelo campo de deformação resultante.

4.5. Aquisição das imagens

Para a obtenção do campo de deformação, imagens ao longo de todo o ensaio de tração foram capturadas. Para a captura das imagens o *software DigiCamControl* foi usado, permitindo assim um total controle da câmera remotamente pelo computador. Para o alcance da exposição ideal, o fotômetro interno da câmera foi empregado. Conforme especificado na Tabela 4.2 a câmera oferece três métodos de medição da exposição. Como nos experimentos teve-se que abrir ao máximo o campo de visão, de forma a conseguir capturar a deformação máxima sofrida pelos polímeros, a região de interesse tornou-se diminuta, ocupando apenas uma parte da cena. Assim, para a correta medição da luminosidade e consequente definição da exposição ideal, optou-se por usar o método de medição pontual, sendo a pequena área de medição fixada no centro do corpo de prova.

Tendo na câmera uma medição contínua da exposição ideal, o modo de programação de disparo automático com prioridade à abertura (A) foi usado. A prioridade a abertura foi dada por causa da baixa distância da câmera ao corpo de prova e da imposição do uso da distância focal mínima para a captura de toda a região de interesse. A limitação de afastamento da câmera em relação ao corpo de prova fica clara na Figura 4.8. Como todo o ensaio foi realizado sobre a bancada, conseguiu-se alcançar uma distância máxima do corpo de prova de apenas 30 mm (Figura 4.9b). A imposição do emprego da distância focal mínima está relacionado a necessidade do uso do ângulo de visão máximo. Uma vez que os corpos de prova, principalmente os de PEAD e PP, apresentaram imensa ductilidade, inclusive alcançando o fim de curso da máquina, a cena capturada teve que ser máxima. Assim, a distância focal mínima (18 mm) teve de ser empregada de forma a garantir que toda a região de interesse fosse capturada.

As limitações de afastamento em relação ao corpo de prova e distância focal podem gerar efeitos indesejados sobre a precisão e acurácia dos resultados decorrentes de possíveis movimentações fora do plano. Vale lembrar que o nível de erro nos resultados é inversamente proporcional a distância entre a câmera e o corpo de prova (eq. (2.8)), sendo assim o erro é maximizado quando a distância é mínima, e uma das possíveis soluções ao efeito da movimentação fora do plano é o uso de distâncias focais maiores. Apesar de todo o cuidado no posicionamento e

alinhamento dos componentes, a movimentação fora do plano é dificilmente extingüível. A movimentação fora do plano pode ser induzida por fenômenos e características inerentes ao ensaio, como efeito de Poisson, desvios de planicidade, estricção local durante o carregamento, etc. Assim a única forma restante de tentar minimizar os efeitos negativos decorrentes de possíveis movimentações fora do plano foi de maximizar a abertura do diafragma ($f/3.5$). Sabe-se que quanto maior a abertura, maior será a profundidade de campo, isto é, um maior número de planos de foco estarão disponíveis a frente e atrás do plano de foco atual, vide apêndice A. Assim qualquer movimentação fora do plano que possa vir a ocorrer não produzirá um borramento na imagem, atrapalhando a posterior correlação e elevando ainda mais o erro associado aos resultados.

Definida a abertura, a sensibilidade ISO foi fixada. Usou-se a menor sensibilidade ISO possível (ISO 100). Sabe-se que apesar do uso de uma maior sensibilidade ISO produzir uma maior captação de luz pelo sensor, este ganho vem acompanhado com o aumento no nível de ruído, o que é péssimo para a precisão dos resultados, vide apêndice A. Fixados os valores de abertura do diafragma e sensibilidade ISO, restou apenas, do triângulo de exposição, a velocidade do obturador. Apesar desta ser importante nos ensaios em que uma alta velocidade de captura é necessária, sendo a velocidade do obturador sempre maximizada de forma a obter capturas estáticas, teve-se que escolher um dos parâmetros que compõe o triângulo de exposição para ser variado de forma a alcançar a exposição ideal. E assim, devido aos efeitos negativos anteriormente destacados para possíveis variações na abertura do diafragma e na sensibilidade ISO, optou-se por privilegiar estes dois últimos parâmetros fixando-os em comparação a velocidade do obturador que foi variada conforme os valores de exposição medidos pelo fotômetro.

Visando analisar a contribuição da iluminação na qualidade final dos resultados, testes sem e com luz foram realizados. Preliminarmente 6 corpos de prova, 2 para cada material, foram usados para avaliar os efeitos da iluminação. De posse dos resultados, 15 corpos de prova, 5 para cada material, foram ensaiados com a iluminação ligada. Os últimos corpos de prova foram usados para a avaliação do comportamento mecânico dos termoplásticos e para os testes de adequação e validação dos modelos constitutivos. É importante destacar que o uso da iluminação permitiu um aumento da velocidade do obturador ($1/60$ s) em comparação aos testes sem iluminação ($1/20$ s), resultando em uma diferença de quase duas paradas, e

também propiciou um aumento significativo de contraste sobre a região de interesse, o que fez com que as lâmpadas de LED fossem empregada em todos os ensaios subsequentes.

As imagens foram capturadas concomitantemente ao ensaio de tração. Como não havia comunicação direta entre máquina de ensaio e câmera, ou seja, nenhuma sincronização entre dados obtidos pela máquina e disparo da câmera, definiu-se um ponto de correspondência. Em todos os ensaios, o início da aplicação do carregamento se deu a partir da 5ª imagem capturada. Assim conseguiu-se dar tempo ao operador de iniciar a aplicação do carregamento pelo *software* da máquina de ensaio e ainda obter um conjunto de imagens estáticas do corpo de prova, podendo assim calcular o nível de ruído de fundo ou erro sistemático associado a cada ensaio. Ainda, de forma a analisar as incertezas, antes de cada ensaio, foi realizado um procedimento descrito por Reu (2013b) para mensurar os efeitos de distorção da lente sobre o campo de deformação obtido. O procedimento é bem simples e inicia-se a partir do momento em que o alinhamento e posicionamento de todos os componentes foi alcançado. Com o corpo de prova fixo entre as garras, solta-se o corpo de prova da garra estática, isto é, aquela que não irá se deslocar ao longo do ensaio. De posse de uma das extremidades livre do corpo de prova, inicia-se o ensaio com todas as configurações que se aplicaria ao ensaio “real”, realizando normalmente a captura das imagens. Analisando as imagens posteriormente com um *software* de correlação de imagens digitais, que será discutido nas próximas seções, calcula-se o campo de deslocamento para todas as imagens capturadas. Calculado o campo de deslocamento ao longo do tempo, subtrai-se o movimento de corpo rígido usando o deslocamento médio obtido pela máquina em cada imagem capturada. Qualquer deslocamento remanescente representa as distorções associadas a lente. Com os deslocamentos remanescentes pode-se calcular as deformações, dando assim uma ideia da contribuição das distorções sobre os resultados finais.

Ao todo 400 imagens foram capturadas para cada corpo de prova, limite este estabelecido pelo fim de curso da garra. Para os corpos de prova de PVC, a captura foi interrompida logo após a ruptura do material. Apesar de em sua especificação (Tabela 4.2) a câmera atingir velocidades de captura de 5 Hz (5 capturas por segundo), a máxima velocidade de captura alcançada nos ensaios foi de 0,75 Hz (1,32 captura por segundo). Muitas vezes a especificação da velocidade de captura

da câmera está associada a condições pré-estabelecidas, como o uso de altas velocidades do obturador e emprego do *Burst Mode*, modo em que a câmera faz disparos contínuos armazenando as imagens temporariamente em seu *buffer*, aproveitando-se da alta taxa de transferência com essa memória “local”, para após o término das capturas armazenar as imagens definitivamente em uma mídia de armazenamento conectada. No presente trabalho nenhuma das condições acima puderam ser empregadas. Como foi exposto anteriormente, a velocidade do obturador não pode ser fixada, sendo esta variável de acordo com o alcance da exposição ideal, fazendo com que seu valor final não fosse tão alto. E como foram necessárias a captura de muitas imagens para a descrição do comportamento mecânico dos polímeros, devido a imensa ductilidade destes materiais, o uso do *Burst Mode* foi inviável. Mesmo usando uma mídia de armazenamento com alta taxa de transferência de dados, conforme especificado anteriormente, a velocidade máxima de captura atingida foi menor do que 20% da especificada.

Todas as imagens obtidas foram armazenadas em RAW, sem compressão, garantindo a máxima qualidade possível. Devido ao alto campo de visão usado para dar conta da captura de toda a região de interesse e do decréscimo contínuo de área superficial com a estricção, fazendo com que a região de interesse fosse diminuindo em tamanho em relação a toda a cena, conseguiu-se alcançar uma relação média de 13 pixels/mm em cada ensaio.

4.6. Processamento das imagens

Os principais objetivos do processamento das imagens foram adequar o formato da imagem capturada de modo que pudesse ser lida pelo *software* de correlação de imagens, e otimizar o tamanho das imagens capturadas, dando agilidade a todo o processo de correlação de imagens digitais. No mundo contemporâneo, em que a tecnologia das mídias de armazenamento evolui rapidamente, oferecendo quase que um espaço ilimitado para o armazenamento de dados, parece irrelevante o tamanho em disco ocupado pelas imagens. Entretanto, quando se trabalha com ensaios contínuos e imagens digitais de alta qualidade, o espaço, antes ilimitado, pode se tornar pequeno. Por uma conta rápida, considerando que ao todo 21 ensaios foram realizados e para cada ensaio em média 400 imagens foram capturadas, ocupando cada imagem “crua” NEF em torno de 70

MB, o que representaria um tamanho em disco ocupado por ensaio de aproximadamente 27 GB e um tamanho total em disco necessário para todos os ensaios em torno de 574 GB, só para o armazenamento das imagens capturadas, sem contar com subsequentes manuseios para análise das imagens e cálculos do processo de correlação de imagens, o que poderia aumentar ainda mais esse número, verifica-se que o tamanho em disco ocupado pelas imagens não pode ser considerado um parâmetro irrelevante. O alto tamanho das imagens não só implica em dificuldades de armazenamento, mas também prejudica o manuseio das imagens e aumenta o custo computacional do procedimento de correlação das imagens, tornando toda a metodologia CID dispendiosa e demorada.

Com isso, um procedimento simples de processamento de imagens foi implementado após a captura das imagens de cada ensaio, em que primeiramente o formato das imagens capturadas foi convertido, em seguida as dimensões das imagens foram reduzidas à região de interesse, e por último transformou-se as imagens de colorido para preto e branco. A Figura 4.10 resume todo o procedimento de processamento implementado. Para a conversão das imagens de NEF para TIFF sem compressão o *software IrphanView* foi usado. O *IrphanView* é um software gratuito empregado para a visualização e edição de imagens nos mais diferentes formatos. Apesar de oferecer funcionalidades de edição, a caixa de ferramentas do *IrphanView* é bem limitada para este uso. Assim, para o subsequente recorte da região de interesse e transformação para preto e branco com profundidade de 8 bits o *software ImageJ* foi usado. O *ImageJ* é um software também gratuito empregado para o processamento digital de imagens oferecendo inúmeros *plugins* para as mais diversas aplicações. É bom enfatizar que apesar do tamanho da imagem final processada (Figura 4.10d) ter sido drasticamente reduzido em relação a imagem “crua” obtida diretamente da câmera (Figura 4.10a), a perda de qualidade foi mínima. O formato TIFF oferece semelhante qualidade ao formato NEFF; apesar das dimensões da imagem terem sido reduzidas, a resolução foi mantida (pixels/mm), uma vez que a região de interesse foi apenas recortada; e sabe-se que a imagem colorida não oferece nenhum benefício ao processo de correlação, visto que a correlação é efetuada pela intensidade da imagem que tem seu nível similar, determinado pela profundidade de bits ($2^8 = 256$), para todos os canais RGB, não fazendo diferença se apenas um é usado, como no caso da imagem em tons de cinza (preto e branco).

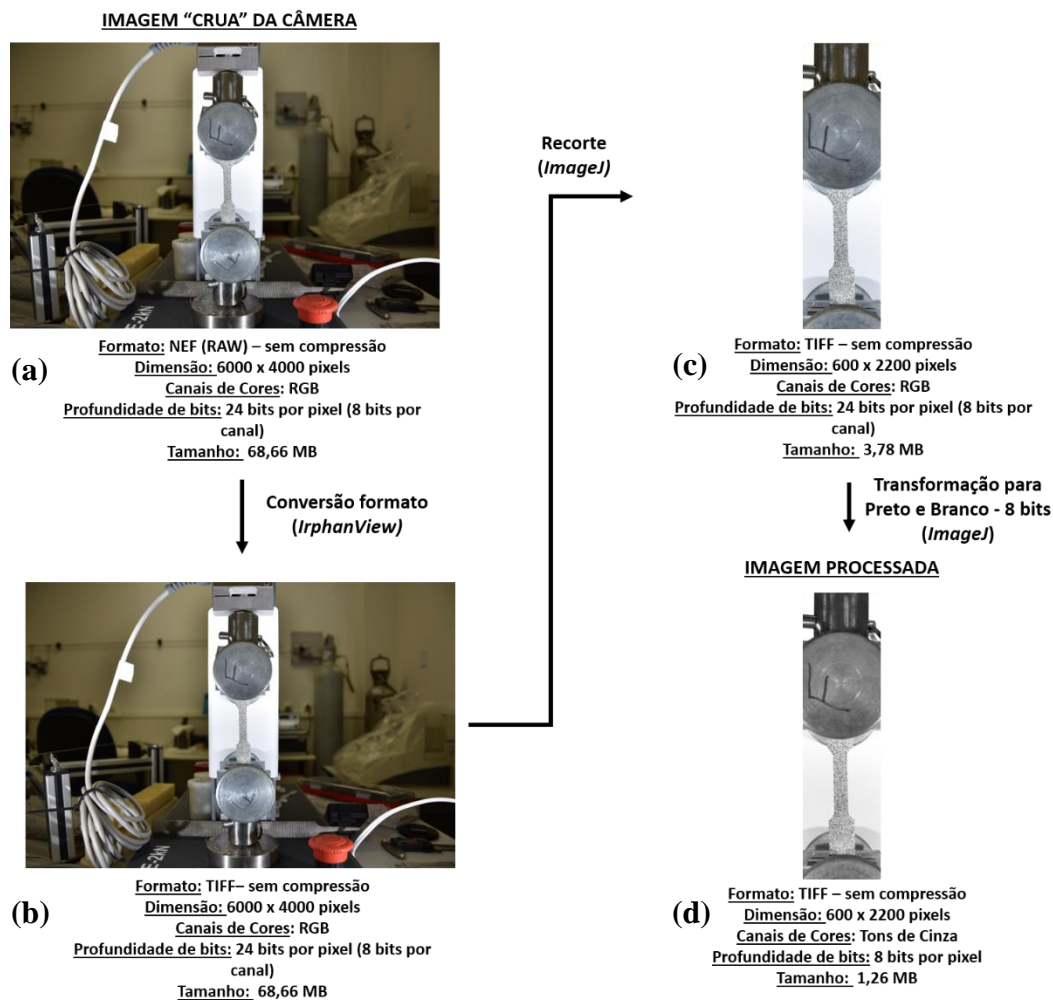


Figura 4.10. Ilustração esquemática das diferentes etapas de processamento empregadas no presente trabalho. (a) Imagem “crua” obtida diretamente da câmera, (b) imagem convertida para o formato TIFF(sem compressão), (c) imagem recortada, enfatizando a região de interesse, e (d) imagem transformada para preto e branco com 8 bits por pixel.

Além do processamento empregado para as imagens capturadas, um processamento adicional foi aplicado sobre a primeira imagem de cada ensaio a fim de avaliar a qualidade do padrão granulado. Como será visto mais à frente, todo o procedimento de análise e correlação das imagens realizado por meio de um *software* CID funcionou como uma caixa preta em torno do critério de correlação, função de forma e método de interpolação usados. As imagens capturadas foram fornecidas e de acordo com a definição de alguns parâmetros, os resultados foram calculados, como campo de deslocamento, deformação, etc. Com isso, a maioria dos métodos de avaliação da qualidade do padrão granulado, que requerem o

resultado proveniente do passo-a-passo da correlação e da construção da malha, não puderam ser aplicados. Assim, condicionou-se a avaliação da qualidade do padrão granulado a um método morfométrico que contemplava em seu procedimento características descritas por Lecompte et al. (2006) e atualizadas por Crammond et al. (2013).

Todas as etapas de processamento foram realizadas por meio do *software ImageJ*. Primeiramente as imagens foram segmentadas automaticamente pelo método de segmentação global de *Otsu*. Resumidamente, o algoritmo de *Otsu* define a segmentação por uma busca do limiar que minimiza a variação dentro das diferentes classes de pontos que compõem a imagem, sendo esse definido pela soma ponderada das variâncias das classes (Otsu, 1979). Devido a proximidade e formato irregular das áreas escuras, após a segmentação, as regiões segmentadas não refletiram as características dos grânulos presente no padrão granulado. Com isso, após aplicação do método de segmentação global de *Otsu*, o método de “divisor de águas” (*watershed*) foi usado, fazendo com que cada grânulo que compunha o padrão fosse isolado. De forma geral, o método de “divisor de águas” é baseado no Mapa de Distâncias Euclidianas (MDE) (Fabbri et al., 2008). O MDE produz uma imagem onde os pixels que compõe cada estrutura ganham uma intensidade proporcional à sua menor distância até a borda da partícula, sendo os pixels centrais maximizados, gerando os chamados máximos de MDE. Os máximos de MDE funcionam como sementes, sendo a imagem resultante obtida pela dilatação derradeira das sementes, definindo assim o contorno verdadeiro das estruturas. O método clássico de “divisor de águas” disponível no *ImageJ* é muito útil para separar estruturas conectadas e aproximadamente circulares. No entanto, quando aplicado a estruturas irregulares acaba se perdendo. Sendo assim, o método de “divisor de águas” para estruturas irregulares presentes no plugin *BioVoxxel* foi empregado. De posse dos grânulos isolados, a seleção e o refino dos grânulos para a análise foram realizados por meio do comando *Entended Particle Analyzer* presente no próprio plugin *BioVoxxel*, em que diversos atributos do padrão puderam ser calculados, permitindo ao fim a caracterização global de cada padrão granulado obtido.

4.7. Correlação das imagens

Para a correlação das imagens digitais, o *software GOM Correlate* foi usado. O *GOM Correlate* é um *software* de análise e correlação de imagens digitais (CID) destinado a pesquisa e ensaio de materiais. Apesar de ser um *software* comercial, o *GOM Correlate* fornece ferramentas para a correlação de imagens digitais bidimensionais (CID 2D) de forma gratuita, suportando a avaliação de séries de imagens digitais ou até mesmo arquivo de filme. É importante destacar que anteriormente ao emprego do *software GOM Correlate*, *softwares* totalmente gratuitos, como o *NCorr* e *DICe* (*Digital Image Correlation engine*) foram empregados para a correlação das imagens digitais. Entretanto, nenhum dos dois apresentaram resultados satisfatórios, tendo dificuldades na geração da malha e no cálculo subsequente do campo de deformações em altas deformações.

O procedimento seguido para a correlação das imagens no *software GOM Correlate* é destacado no apêndice B. Resumidamente, as imagens processadas foram importadas. Quando necessário o alinhamento 3-2-1 foi usado para alinhar o eixo longitudinal de carregamento do corpo de prova com o eixo Y do sistema de coordenadas global. Para a definição da escala, a largura do corpo de prova na seção útil foi usada como referência, sendo uma resolução de aproximadamente 13 pixels/mm obtida para todos os ensaios.

Diversos componentes de superfície foram criados com o objetivo de avaliar os efeitos do tamanho do *subset* e do tamanho do passo sobre a precisão e acurácia dos resultados. Basicamente o limite da janela de análise do tamanho do *subset* foi definido de acordo com as características da malha obtida. Tamanhos de *subsets* que levaram a malhas “problemáticas”, com vazios ou contornos irregulares, foram descartados. A Figura 4.11 ilustra as características de uma malha ideal e de uma malha “problemática”. Para cada tamanho de *subset*, dois tamanhos de passo foram analisados, respeitando as relações recomendadas no *software* de sobreposição dos *subsets* entre 20% e 50%. De forma a focar a atenção nos efeitos do tamanho do *subset* e do tamanho do passo sobre os resultados, os parâmetros proximidade do tensor de deformação (*strain tensor*) e tamanho de interpolação foram mantidos constante e igual a 1. Em todos os ensaios a forma de cálculo padrão foi usada para a criação do componente de superfície e, apesar de resultar em um aumento das incertezas, a correspondência entre *subsets* sempre se deu contra o estágio anterior.

É importante destacar que grande parte do sucesso da correlação e da criação da malha pelo *GOM Correlate* pode ser atribuído a capacidade do *software* de correlacionar as imagens sempre com a anterior. Ambos os *softwares* gratuitos testados, *NCorr* e *DICe*, não oferecem esta opção em suas interfaces.

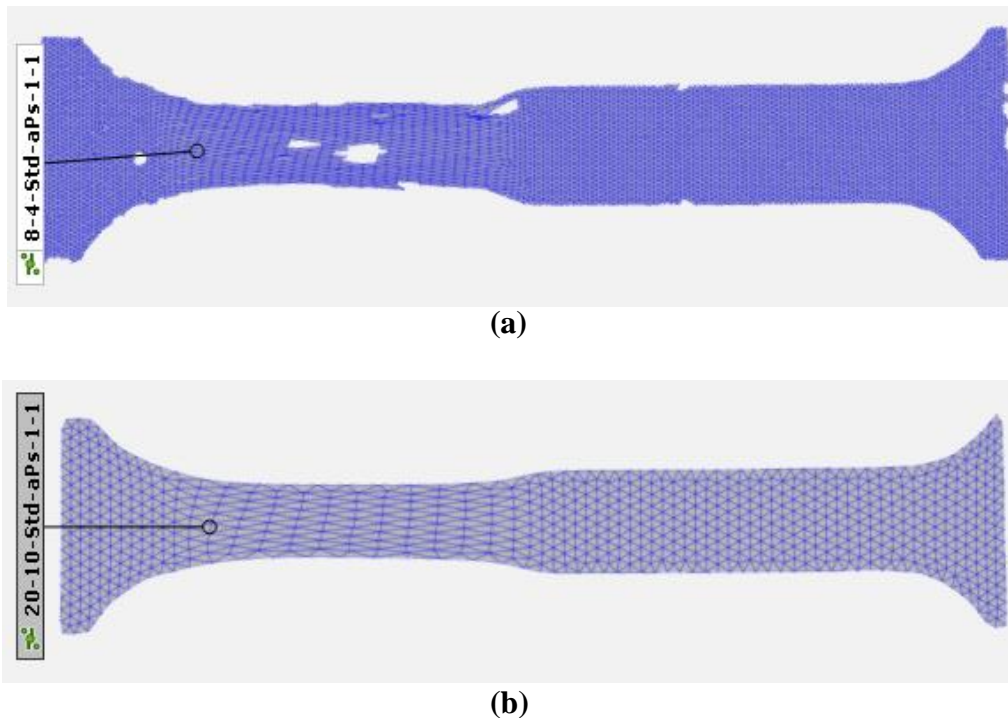


Figura 4.11. Ilustração de uma malha resultante (a) “problemática”, é fácil verificar os vazios e falhas nos contornos, e (b) ideal, os elementos estão todos inteiramente conectados e sua forma reflete a geometria do corpo de prova.

Em todos os ensaios, definiu-se a região do componente como a seção útil e um extensômetro longitudinal foi simulado. A Figura 4.12 mostra a disposição dos extensômetros simulados e a região de interesse definida. Os parâmetros usados para a criação do componente de superfície foram os mesmos empregados para a simulação dos extensômetros. Resultados de deslocamento, deformação longitudinal e deformação transversal foram obtidos. Nenhum tipo de filtro e tolerância foram usados para a obtenção dos resultados.

Dados estatísticos dos resultados, como máximo, mínimo, média aritmética e desvio padrão (considerando um sigma igual a 3), foram exportados para posterior análise no *Excel*, assim como os valores correspondentes a diferentes pontos da malha. Uma distância de 0,6 mm foi usada para a criação dos pontos equidistantes, sendo exportados 650 pontos da seção útil para cada estágio.

As análises conduzidas no *GOM Correlate* foram realizadas em computador pessoal com a seguinte configuração: AMD®FX™-6300 com seis núcleos de processamento e velocidade do *clock* de 3,5 GHz, 12,0 GB de memória RAM e 320 GB de armazenamento em disco rígido.

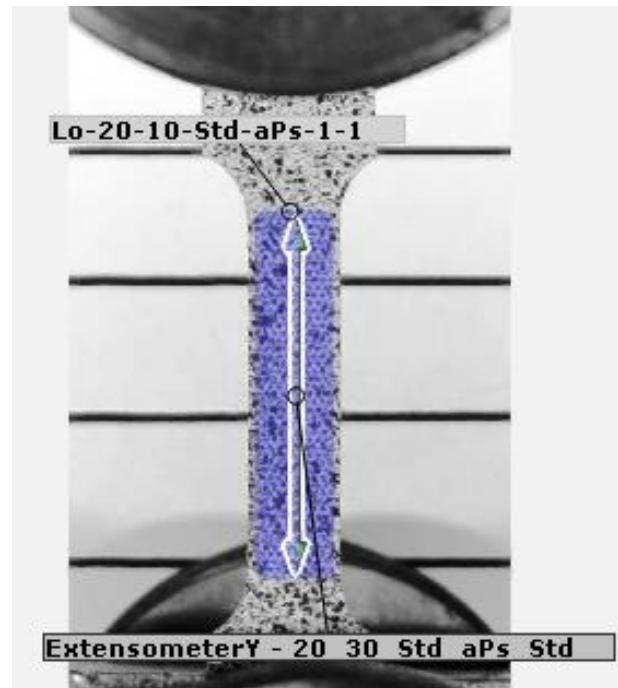


Figura 4.12. Ilustração da malha criada sobre a seção útil e do extensômetro longitudinal simulado.

4.8. Modelagem do comportamento mecânico

Para a modelagem do comportamento mecânico dos materiais testados, o modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas (eq. (3.1)), os modelos aditivos de G'Sell-Jonas (eq. (3.3)) e de θ (eq. (3.2)) e os modelos diferenciais de G'Sell-Jonas (eq. (3.7)) e de Vest-Amoedo-Lee (eq. (3.6)) foram usados.

Para o ajuste dos modelos aos dados experimentais e para a estimação dos parâmetros, a ferramenta *Solver* do *Excel* foi empregada, escolhendo-se como método de resolução do problema o *GRG Nonlinear*. Vale destacar que a ferramenta *Solver* disponibiliza três métodos para a resolução do problema de minimização: (i) *Simplex LP*, (ii) *GRG Nonlinear* e (iii) *Evolutionary*. O método *Simplex LP* é recomendado para problemas de otimização linear, isto é, quando a função objetivo descreve um comportamento linear no intervalo de parâmetros considerados. O

método *GRG Nonlinear* é indicado para a estimação de parâmetros em funções não lineares. O método *GRG* usa-se de operações matemáticas complexas que envolvem o cálculo de potências, exponencias ou trigonométrico para o alcance da solução ótima. E, por último, o método *Evolutionary*, é sugerido para a otimização de funções que apresentam variações abruptas diante da alteração dos parâmetros.

Devido a implementação complexa dos modelos diferenciais, a estimação de parâmetros foi realizada somente nos modelos multiplicativos e aditivos. Para a análise da capacidade dos modelos diferenciais em descreverem a resposta mecânica apresentada pelos polímeros selecionados, realizou-se apenas uma simulação dos parâmetros. Os modelos constitutivos diferenciais foram integrados numericamente com a técnica BDF (*Backward Differentiation Formula*) e os parâmetros foram variados por busca exaustiva até que um bom ajuste fosse alcançado. Para todos os modelos, a função objetivo de mínimos quadrados ponderados (eq. (3.13)) foi usada para o alcance da solução ótima.

5 Resultados e Discussões

5.1. Avaliação da qualidade do padrão granulado

As Figuras 5.1, 5.2 e 5.3 ilustram padrões granulados típicos obtidos na seção útil dos corpos de prova de PVC, PP e PEAD, respectivamente. As figuras com índice (a) representam imagens capturadas pela câmera sem qualquer tipo de processamento. Enquanto que as figuras com índices (b) e (c) apresentam imagens pós processadas obtidas, respectivamente, após a segmentação automática com o método *Otsu* e aplicação do método “divisor de águas” (*watershed*); ambas as etapas pertencentes ao procedimento de avaliação do padrão granulado pelo método morfométrico destacado previamente. As etapas de pós-processamento são essenciais para o realce e isolamento dos grânulos que compõe o padrão granulado, permitindo assim avaliar, tanto localmente quanto globalmente, a qualidade do padrão obtido. É de conhecimento geral que um padrão aleatório desempenha um papel significativo nos resultados da CID (Hassan et al., 2016). Esse é o principal portador de informações para a correlação das imagens. Assim, a precisão e acurácia da CID são dependentes da qualidade do padrão granulado, sendo de grande importância sua avaliação e caracterização.

Embora com diferenças nítidas de tamanho, distribuição e contraste, visualmente todos os padrões granulados obtidos apresentaram características próximas a textura ideal: isotropia, aleatoriedade e alto contraste. A avaliação visual do padrão granulado pode ser de grande valia na prática, quando decisões rápidas devem ser tomadas quanto ao emprego ou descarte de determinado corpo de prova. Porém para um estudo mais aprofundado e detalhado das características do padrão, resultados numéricos devem ser associados. Com isso após o pós-processamento da imagem capturada pelo método “divisor de águas”(*watershed*), de posse dos pontos que compunham o padrão segmentados e isolados, o comando *Extended Particle Analyzer*, pertencente ao plugin *BioVoxel* do *software ImageJ*, foi empregado. Diferentes atributos puderam ser extraídos dos pontos que constituíam o padrão, permitindo assim uma avaliação numérica da qualidade dos padrões

granulados obtidos. Sabe-se que o padrão granulado pode ser descrito em termos de cinco propriedades principais: (i) tamanho, (ii) forma, (iii) nitidez do contorno, (iv) densidade e (v) contraste. Assim, morfologicamente, cada ponto que compunha o padrão foi caracterizado em termos de seis atributos: (i) área, (ii) tamanho, (iii) *circularity*, (iv) *roundness*, (v) razão de aspecto e (vi) ângulo *Feret*. Para a avaliação do contraste, o histograma da distribuição de intensidade dos níveis de cinza foi usado.

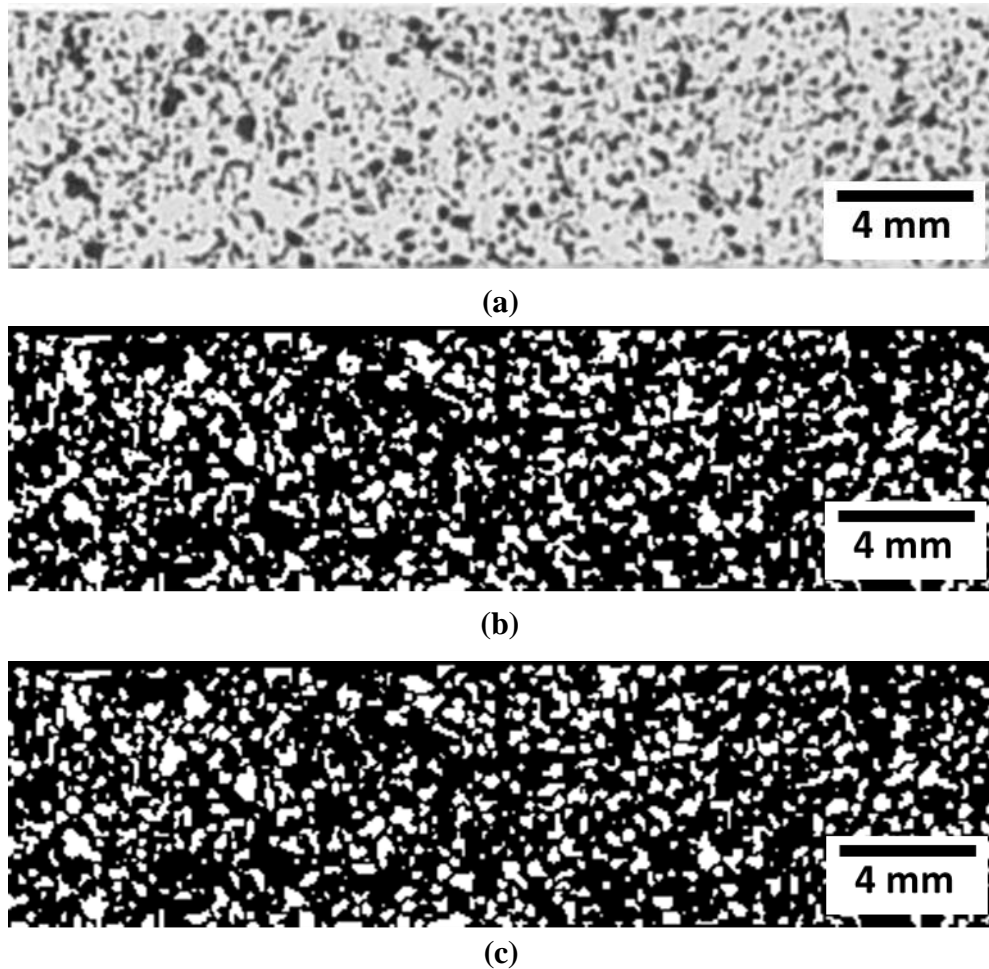


Figura 5.1. Padrão granulado obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PVC ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação automática por meio do método de *Otsu* e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (*watershed*).

Os atributos área e tamanho, como o próprio nome já diz, expõem respectivamente a área ocupada (em pixels²) e o tamanho (em pixels) de cada grânulo que compõe o padrão granulado. É importante destacar que o tamanho é calculado a partir da área e remete ao raio para um ponto com forma circular ideal.

Mesmo com o distanciamento dos pontos da forma circular, o raio (em pixels) é ainda usado como principal atributo para a caracterização do tamanho dos pontos que compõem o padrão (Crammond et al., 2013; Lecompte et al., 2006).

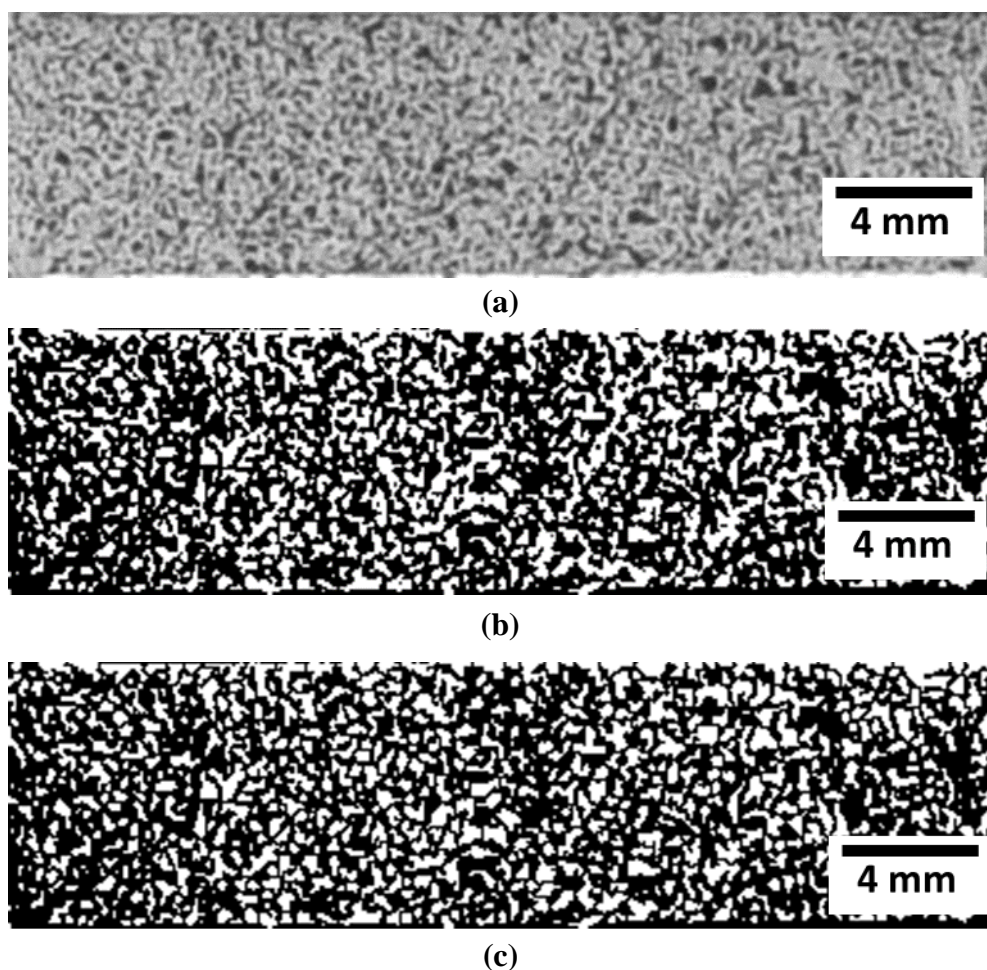


Figura 5.2. Padrão granulado obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PP ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação automática por meio do método de *Otsu* e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (*watershed*).

Embora ambos os atributos *circularity* e *roundness* caracterizem a circularidade do padrão, os valores apresentados por esses podem diferenciar-se significativamente entre si. A dissimilaridade entre *circularity* e *roundness* se dá devido ao procedimento de cálculo usado para a obtenção dos dois atributos. Enquanto que o *circularity* é obtido a partir da razão entre área e perímetro, o *roundness* é calculado seguindo a mesma relação, porém considerando a distância máxima entre as tangentes paralelas à área de projeção do ponto (*Feret* máximo), ao invés do perímetro. Assim, a *circularity* possui uma sensibilidade maior em

relação ao contorno do ponto, pois quanto mais irregular o contorno, maior o perímetro e consequentemente menor a *circularity*; e o *roundness* exibe maiores variações quanto ao alongamento do ponto, pois pontos com geometria mais alongada tendem a apresentar uma maior *Feret máximo* e com isso um menor *roundness*. Vale lembrar que quanto maior o *roundness* e a *circularity*, maior a aproximação do ponto à forma circular. *Circularity* e *roundness* próximos a 1 indicam pontos perfeitamente circulares.

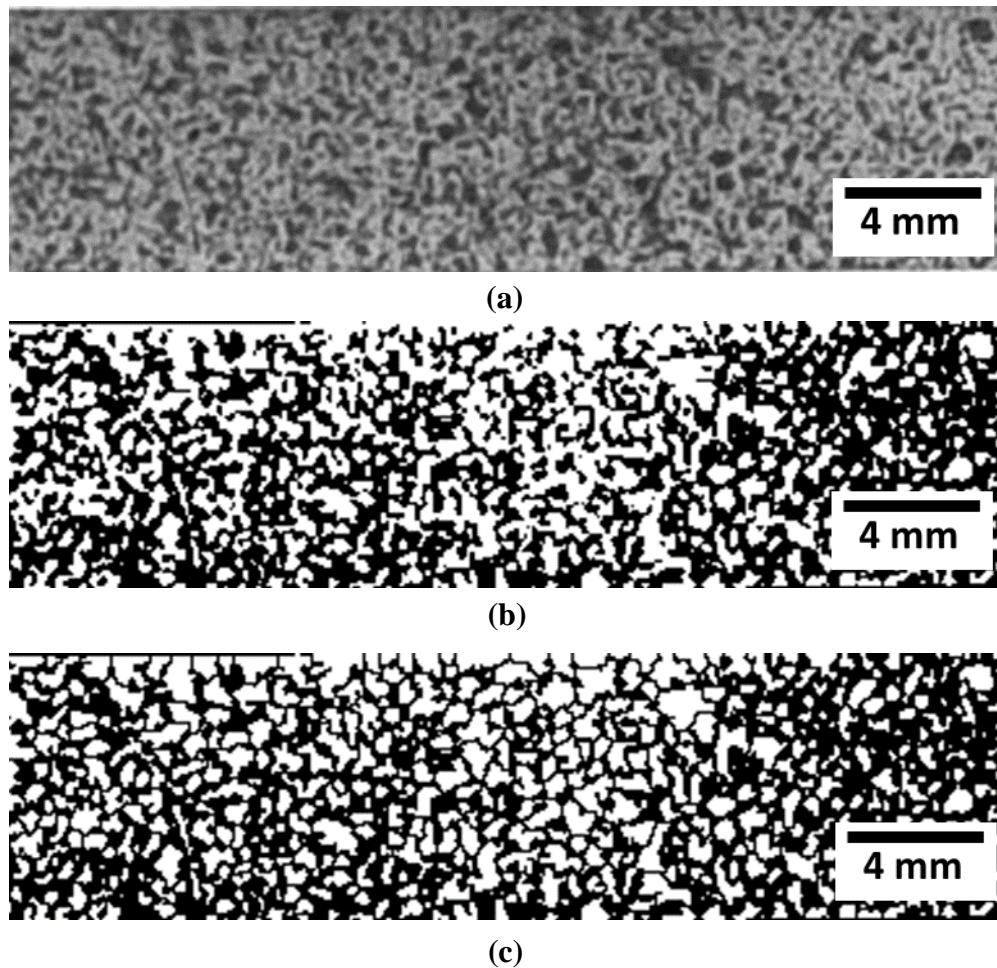


Figura 5.3. Padrão granuloso obtido sobre a seção útil de um dos corpos de prova de PEAD ensaiados. (a) Imagem da seção útil recém capturada sem qualquer tipo de tratamento, (b) imagem obtida após segmentação automática por meio do método de *Otsu* e (c) imagem final resultante do processamento após a aplicação do comando “divisor de águas” (*watershed*).

A razão de aspecto é dada pela razão entre o *Feret máximo* e o *Feret mínimo*. Quanto mais a razão de aspecto se afasta de 1, mais o ponto se distancia da forma circular. Razões de aspecto altas podem indicar pontos com um alongamento preferencial em determinada direção.

O ângulo *Feret* representa o ângulo formado entre o eixo de maior comprimento do grânulo, dado pela maior distância interna entre contornos, e o eixo horizontal (0°). Com isso, é usualmente empregado para fornecer informações da orientação dos pontos.

De forma a avaliar localmente a qualidade dos grânulos que compunham o padrão granulado, a distribuição de frequência acumulada para cada atributo foi obtida. As Figuras 5.4, 5.5 e 5.6 apresentam as distribuições de frequência acumulada para os diferentes atributos extraídos dos distintos padrões granulados resultantes sobre a superfície de cada corpo de prova ensaiado. A Figura 5.4 ilustra as distribuições de frequência dos atributos associadas aos corpos de prova de PVC, enquanto que a Figura 5.5 apresenta as distribuições de frequência para os corpos de prova de PP e a Figura 5.6 exibe as distribuições de frequência relacionadas aos corpos de PEAD.

Para a avaliação global da qualidade do padrão granulado, média e desvio padrão dos diferentes atributos foram calculados. As Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 expõem numericamente os resultados encontrados para os corpos de prova de PVC, PP e PEAD, respectivamente, enquanto que os gráficos presentes na Figura 5.7 ilustram o comportamento global dos diferentes atributos calculados.

O tamanho dos grânulos que compõe o padrão granulado é considerado crítico na CID. O desafio está em torná-los cada vez menor, de forma a aumentar a resolução espacial, porém ao mesmo tempo, não tão pequenos, de maneira que esses não possam ser localizados. Na literatura, o tamanho de 3 pixels é muitas vezes considerado como ideal para a correlação (Hung & Voloshin, 2003; Reu, 2014b). Cerca de 80% dos grânulos que compuseram os padrões granulados obtidos apresentaram uma área menor que 60 pixels² (Figuras 5.4a, 5.5a e 5.6a) e de 50 a 80% dos grânulos, dependendo do material e do corpo de prova, apresentaram tamanho menores que 3 pixels (Figuras 5.4b, 5.5b e 5.6b). Apesar da distribuição de frequências (Figuras 5.4b, 5.5b e 5.6b) indicar majoritariamente um diminuto tamanho dos grânulos, globalmente todos os corpos de prova apresentaram um tamanho médio de grânulo próximo a 3 pixels (Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3), valor ideal para a correlação.

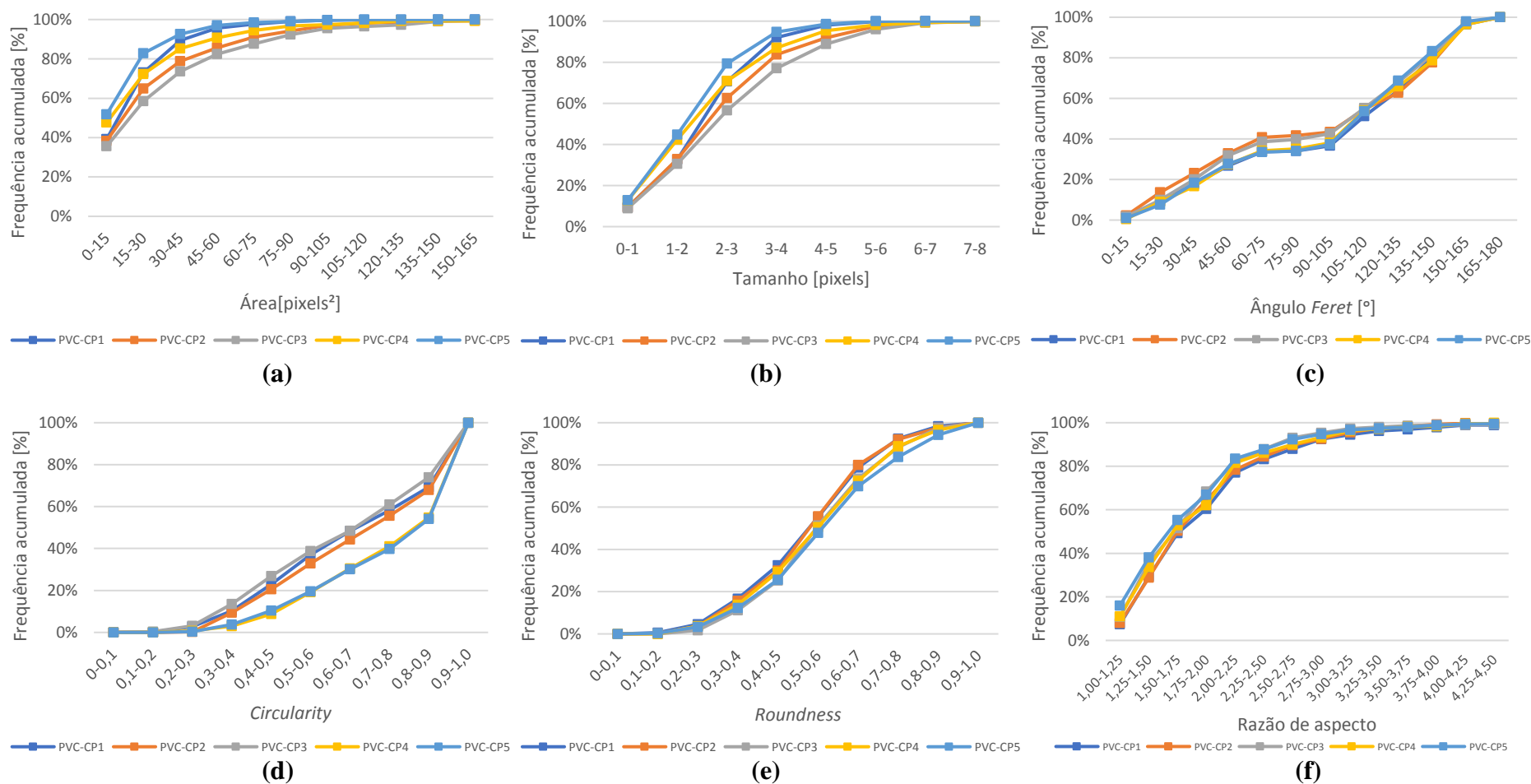


Figura 5.4. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PVC: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo *Feret*, (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.

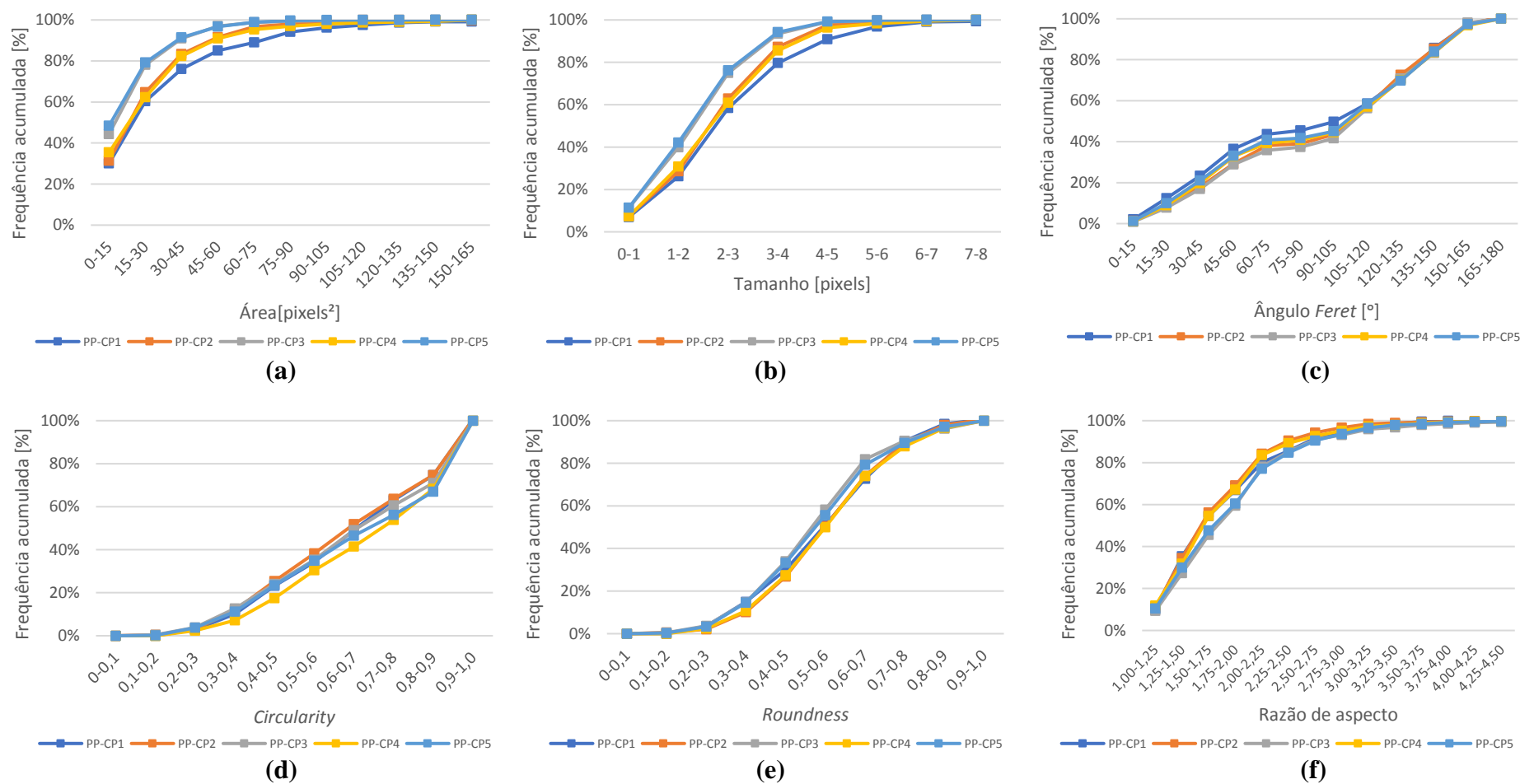


Figura 5.5. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PP: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo *Feret*, (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.

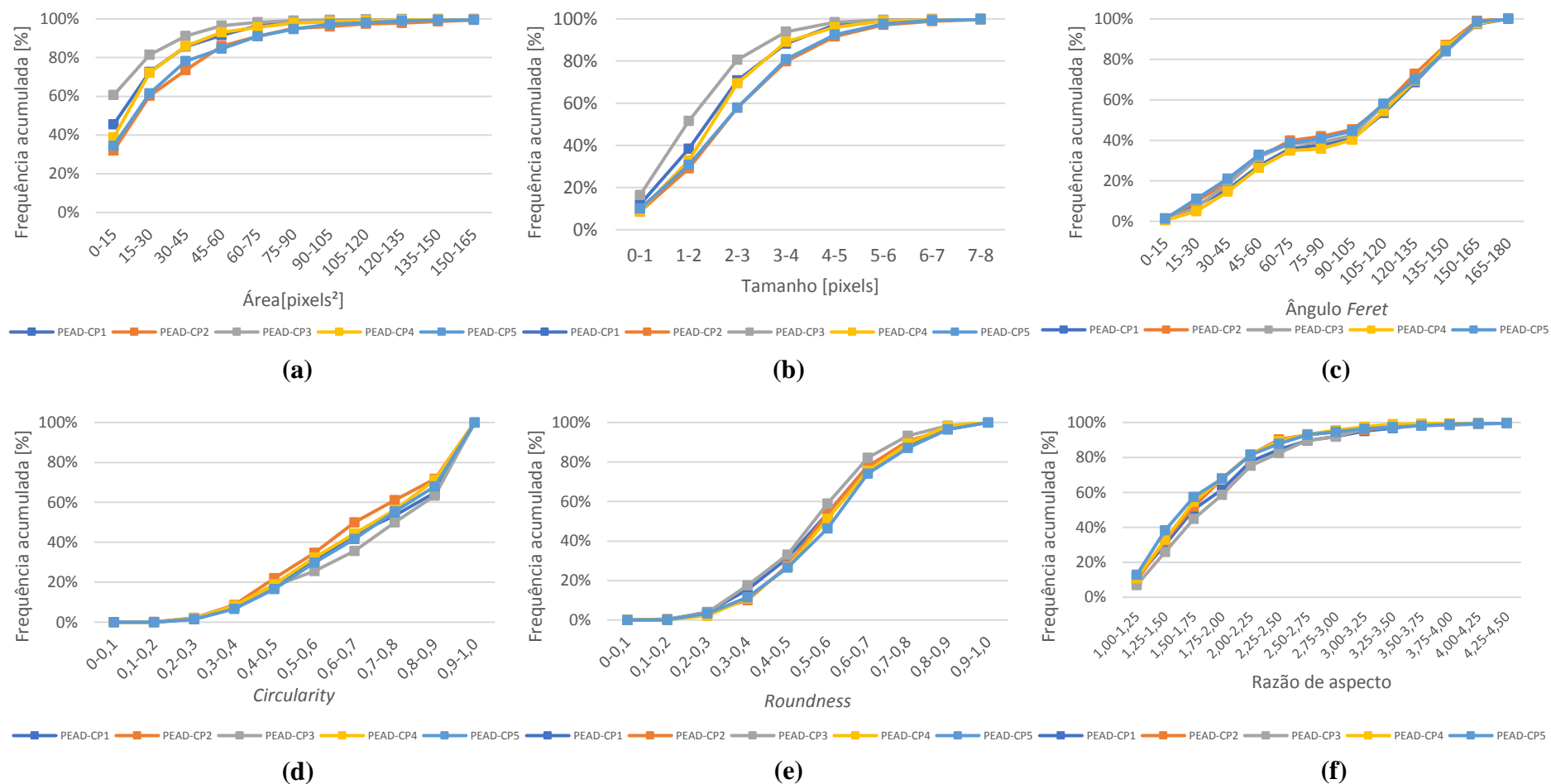


Figura 5.6. Distribuição de frequência para diferentes atributos dos grânulos que compõem o padrão granulado obtido sobre a superfície dos corpos de prova de PEAD: (a) área, (b) tamanho, (c) ângulo *Feret*, (d) e (e) diferentes parâmetros de circularidade, e (f) razão de aspecto.

Quando se discute a forma do padrão, dois requisitos devem ser levados em conta: (i) a direcionalidade do padrão e (ii) a presença de *aliasing*. É importante lembrar que a textura ideal está associada a isotropia, ou seja, o padrão granulado não deve exibir nenhuma orientação preferencial. Com isso, em geral, a concepção da forma circular é considerada a ideal para os grânulos que compõem o padrão. Entretanto, mesmo distante da forma circular, o padrão granulado pode ser isotrópico, conforme os obtidos no presente trabalho. Embora os grânulos tenham se distanciado da circularidade perfeita - em todos os corpos de prova cerca de 25% dos grânulos exibiram *circularity* entre 0,8 e 1,0 (Figuras 5.4d, 5.5d e 5.6d), menos de 5% apresentaram *roundness* próximo a 1 (Figuras 5.4e, 5.5e e 5.6e) e aproximadamente 10% expuseram uma razão de aspecto entre 1,00 e 1,25 (Figuras 5.4e, 5.5e e 5.6e) - a aleatoriedade da orientação dos grânulos ainda se fez presente. A distribuição da frequência acumulada do ângulo *Feret* em todos os corpos de prova, independente do material, apresentou um comportamento crescente quase que totalmente linear (Figuras 5.4c, 5.5c e 5.6c). Desconsiderando as classes compostas por ângulos próximos a ortogonalidade (90°), a frequência de grânulos obtida com determinado ângulo *Feret* demonstrou ser pequena e igualmente distribuída ao longo do intervalo entre 0° e 165°. Com isso, apesar da forma predominantemente alongada dos grânulos, dada pelo distanciamento dos atributos *circularity*, *roundness* e razão de aspecto do valor ideal 1, uma aleatoriedade na orientação foi alcançada, refletida por uma ampla e equilibrada distribuição de ângulos *Feret*, ratificando a isotropia dos padrões granulados obtidos.

O *aliasing* está associado a incapacidade de representação, com fidelidade, de certas geometrias na imagem final capturada (Reu, 2014a, 2014b). É difícil analisar a propensão da presença de *aliasing* na imagem capturada devido a forma dos grânulos que compõem o padrão. Os grânulos, como já discutido, se distanciaram da forma circular ideal, apresentando formas complexas. A forma irregular dos grânulos obtidos, além do afastamento dos atributos *circularity*, *roundness* e razão de aspecto do valor ideal, pode ser confirmada pela distinção do perfil de distribuição de frequências dos atributos *circularity* e *roundness*, em que fica evidente a irregularidade dos contornos. Formas complexas exigem um maior número de pixels para a sua fiel representação, entretanto uma resolução espacial adequada pode ser suficiente para a reprodução de todos os detalhes. Vale lembrar que decorrente do arranjo experimental uma resolução espacial em torno de 13

pixels/mm foi alcançada em todos os ensaios independente dos corpos de prova e materiais testados. Na literatura não há um indicativo de limite mínimo de resolução para a representação fiel de determinada forma de padrão. Com isso, no presente estudo, usou-se como critério de avaliação para o *aliasing* a qualidade de reprodução dos detalhes presentes no padrão pelos métodos de pós-processamento empregados. Como pode ser visto nas Figuras 5.1, 5.2 e 5.3, os métodos de segmentação automática de *Otsu* e de “divisor de água”(watershed) não encontraram dificuldades na segmentação e representação final de finos detalhes de textura dos padrões. Assim, apesar da predominância de formas irregulares pelo padrão, a resolução espacial alcançada nos ensaios foi considerada suficiente para a minimização de qualquer efeito de *aliasing* sobre a imagem final capturada.

Tabela 5.1. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PVC.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
Área [pixels²]	22,9 ± 18,7	30,7 ± 32,0	34,6 ± 27,6	25,0 ± 34,3	18,6 ± 16,8
Tamanho [pixels]	2,5 ± 1,1	2,8 ± 1,4	3,0 ± 1,5	2,5 ± 1,3	2,2 ± 1,0
Área total ocupada pelo padrão [%]	35,7%	36,7%	43,1%	26,0%	27,3%
Circularity	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,8 ± 0,2	0,8 ± 0,2
Roundness	0,5 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2
Razão de Aspecto	1,9 ± 0,7	1,9 ± 0,6	1,8 ± 0,6	1,9 ± 0,6	1,8 ± 0,6
Ângulo Feret[°]	103,9±48,0	98,7 ± 51,6	98,7 ± 48,8	103,4 ± 47,3	102,1 ± 46,5

Em relação a nitidez do contorno, prefere-se grânulos com contornos mais suaves. Contornos mais agudos e nítidos podem ser difíceis de ser reproduzidos pela câmera, resultando em *aliasing*. Na prática, a nitidez do contorno é considerada uma propriedade secundária do padrão granulado, sendo privilegiada a otimização do contraste, tamanho e distribuição dos pontos ao custo de se perder um pouco o

contorno ideal (Reu, 2015a). Dos possíveis atributos morfológicos extraídos do comando *Extended Particle Analyzer*, não há um que possa ser relacionado diretamente à nitidez do contorno. Assim, restringiu-se a avaliação da nitidez ao método visual. Verificando os padrões granulados obtidos nas imagens capturadas (Figuras 5.1a, 5.2a e 5.3a), não é possível identificar transições abruptas de intensidade ao longo da superfície, sendo as formas dos grânulos que compõem o padrão realçadas apenas após a aplicação das etapas de pós-processamento.

Tabela 5.2. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PP.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
Área [pixels²]	35,2 ± 39,4	27,5 ± 22,9	20,9 ± 17,2	28,3 ± 25,4	19,9 ± 16,9
Tamanho [pixels]	3,0 ± 1,5	2,7 ± 1,2	2,4 ± 1,0	2,7 ± 1,2	2,3 ± 1,0
Área total ocupada pelo padrão [%]	39,0%	43,1%	36,9%	41,0%	36,1%
Circularity	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2
Roundness	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2
Razão de Aspecto	1,8 ± 0,6	1,8 ± 0,6	1,9 ± 0,7	1,8 ± 0,6	1,9 ± 0,6
Ângulo Feret[°]	93,6 ± 49,6	98,9 ± 46,6	99,7 ± 45,8	97,8 ± 47,8	96,4 ± 48,5

Um padrão granulado de alta qualidade deve ser capaz de fornecer um alto conteúdo de informações. As informações para a correspondência entre as imagens devem estar disponíveis em todos os lugares da superfície, não apenas concentrada em uma única região e nem de maneira esparsa (Sutton et al., 2009). Visualmente é possível verificar uma boa distribuição do padrão granulado por toda a área de seção útil do corpo de prova (Figuras 5.1, 5.2 e 5.3) e numericamente é possível confirmar a alta densidade de pontos obtidas pela alta porcentagem de área ocupada pelo padrão granulado (Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 e Figura 5.7a). Considerando todos os corpos de prova e os diferentes tipos de materiais ensaiados, obteve-se em média

uma ocupação de 40% do padrão granulado em relação a toda a área de seção útil. Na literatura, discute-se como limite mínimo para um bom padrão granulado uma taxa de ocupação em torno de 15% (Lecompte et al., 2006), bem abaixo da obtida no presente estudo, indicando uma boa densidade de pontos no padrões granulados obtidos nos diferentes corpos de prova.

Tabela 5.3. Atributos do padrão granulado resultante nos corpos de prova de PEAD.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
Área [pixels ²]	25,0 ± 24,8	35,0 ± 34,8	19,4 ± 25,4	29,0 ± 52,6	32,8 ± 31,4
Tamanho [pixels]	2,5 ± 1,2	3,0 ± 1,5	2,2 ± 1,2	2,7 ± 1,4	2,9 ± 1,4
Área total ocupada pelo padrão [%]	39,7%	43,0%	28,9%	41,6%	42,8%
Circularity	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,8 ± 0,2	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,2
Roundness	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,2
Razão de Aspecto	1,9 ± 0,6	1,9 ± 0,6	2,0 ± 0,7	1,8 ± 0,6	1,8 ± 0,6
Ângulo Feret [°]	101,3 ± 45,8	96,1 ± 46,7	98,7 ± 47,2	102,2 ± 44,6	96,7 ± 48,2

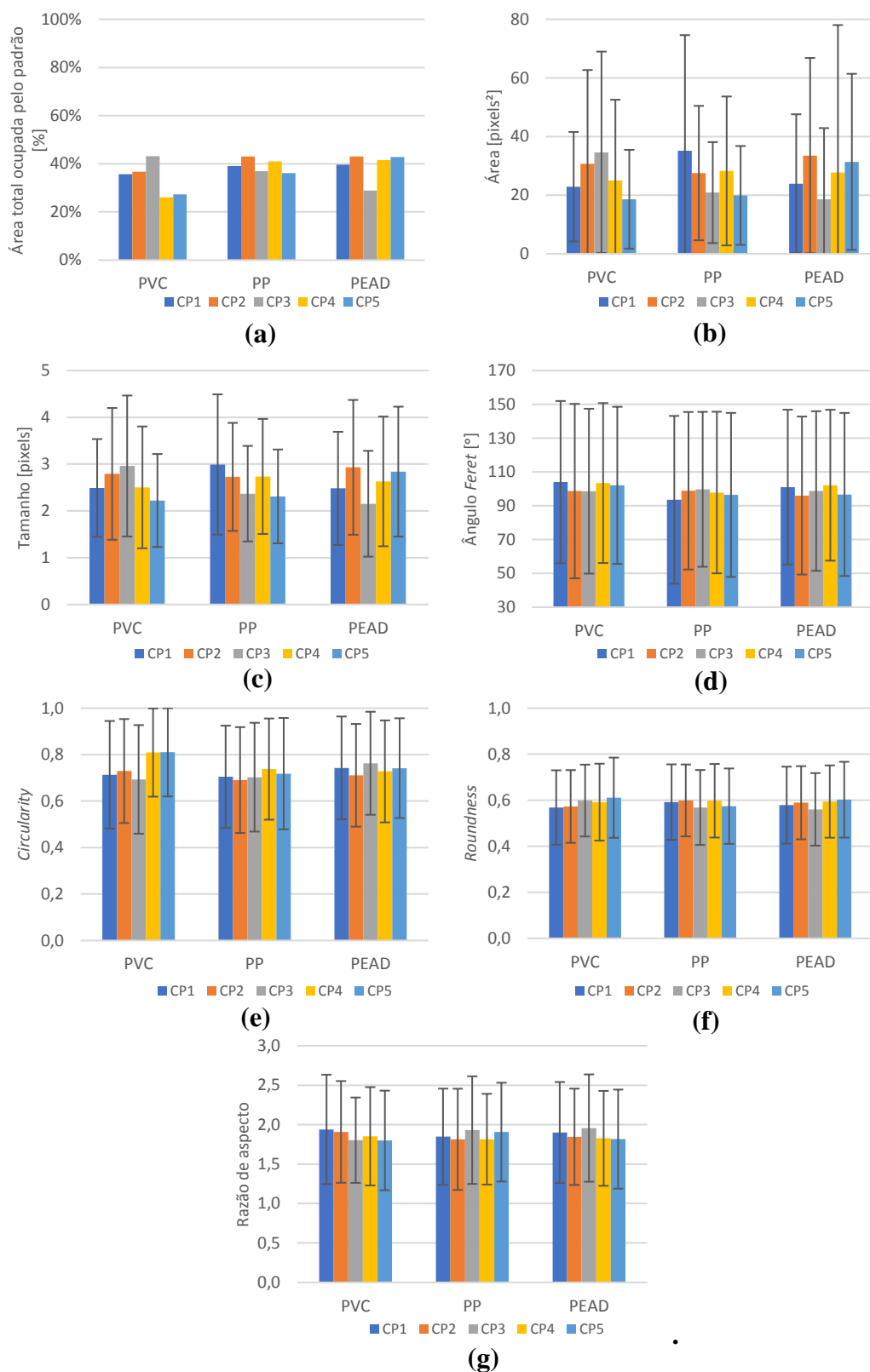


Figura 5.7. Valores globais obtidos para os diferentes atributos extraídos do padrão granulado para os diferentes tipos de materiais ensaiados. (a) Percentagem da área ocupada pelo padrão, (b) área, (c) tamanho, (d) ângulo *Feret*, (e) *circularity*, (f) *roundness* e (g) razão de aspecto.

Pode-se perceber que embora os padrões granulados obtidos apresentem heterogeneidades locais, ou seja, os grânulos que compuseram os padrões exibiram variações significativas de atributos e propriedades retradas pelas distribuições de frequência acumulada (Figuras 5.4, 5.5 e 5.6), os padrões granulados exprimiram uma homogeneidade global, ou seja, apesar de pequenas variações no perfil das distribuições de frequência acumulada, todos os padrões obtidos exibiram distribuição similar para os diferentes atributos extraídos independente do corpo de prova e material selecionado (Figuras 5.4, 5.5 e 5.6). As Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 junto com a Figura 5.7 corroboram com a característica homogênea global e heterôgenea local exposta pelos padrões granulados resultantes. Apesar de pequenas diferenças de média entre os atributos serem aparentes (Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3), o alto desvio padrão associado a aleatoriedades das características dos grânulos não permitiram que diferenças significativas globais de qualidade entre os padrões se tornassem evidentes. Com isso, apesar do baixo controle associado ao método de aplicação do padrão por spray, padrões granulados com propriedades morfológicas semelhantes foram obtidos nos diversos corpos de prova para os diferentes tipos de materiais.

De igual importância a todas as propriedades morfológicas destacadas para a qualidade do padrão granulado está o contraste. O contraste pode ser definido como a diferença de níveis de cinza obtida entre as áreas escuras e claras presentes no padrão. Como apresentado no capítulo de conceituação teórica, numericamente o contraste (C^*) pode ser dado pela razão entre o desvio padrão (σ_G) e a média (μ_G) dos níveis de cinza que compõem a imagem (eq. (3.1)) (Sun et al., 1997). Como o contraste não é um propriedade morfológica, o comando *Extended Particle Analyser* não oferece nenhum atributo capaz de quantificar essa propriedade. O melhor método para avaliar o contraste do padrão granulado é o histograma. A partir do perfil do histograma obtido é possível fazer inferências sobre a qualidade do contraste. Perfis mais largos que cobrem todo o intervalo de intensidade refletem em maior desvio padrão dos níveis de cinza (σ_G) e assim resultam em maior contraste (C^*).

A Figura 5.8 apresenta os histogramas característicos dos padrões granulados típicos, destacados nas Figuras 5.1, 5.2 e 5.3, obtidos para os diferentes materiais ensaiados. As Tabelas 5.4, 5.5 e 5.6 expõem os resultados numéricos obtidos para o contraste nos diferentes corpos de prova ensaiados. A Tabela 5.4 apresenta os resultados de contraste relacionados aos corpos de prova de PVC, enquanto que a

Tabela 5.5 expõe os valores de contraste obtidos para os corpos de prova de PP e a Tabela 5.6 exhibe os resultados de contraste referentes aos corpos de prova de PEAD. Embora visualmente, em uma primeira impressão, tenha-se uma sensação de diferença acentuada de contraste ente os corpos de prova (Figuras 5.1, 5.2 e 5.3), principalmente entre os corpos de prova de PVC e os corpos de prova de outros materiais, sugerindo um maior contraste nos primeiros; da avaliação numérica nenhuma diferença significativa de contraste pode ser observada entre os corpos de prova de mesmo material e nem entre corpos de prova de materiais diferentes (Tabelas 5.4, 5.5 e 5.6). Em todos os corpos de prova obteve-se um intervalo de níveis de cinza, aproximadamente de 210, bem acima do intervalo considerado adequado, de 50 a 75 níveis de cinza, para o emprego da técnica CID (Reu, 2015c).

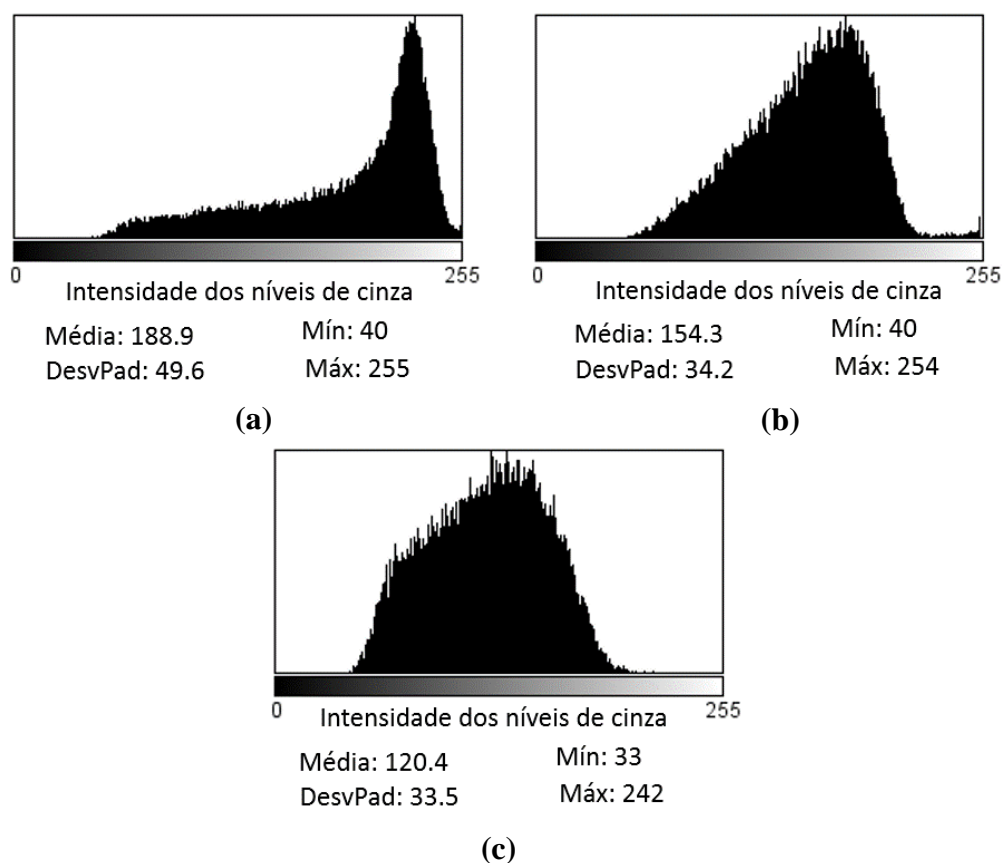


Figura 5.8. Histogramas da intensidade dos níveis e cinza referentes aos padrões granulados típicos encontrados para os corpos de prova de (a) PVC, (b) PP e (c) PEAD.

Tabela 5.4. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PVC.

	Média (μ_G)	Desvio Padrão (σ_G)	Contraste (C^*)
CP1	172,47	40,44	0,23
CP2	160,86	43,60	0,27
CP3	143,33	52,74	0,37
CP4	184,46	47,04	0,26
CP5	188,88	49,60	0,26
	Média		0,28 \pm 0,05

Tabela 5.5. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PP.

	Média (μ_G)	Desvio Padrão (σ_G)	Contraste (C^*)
CP1	137,29	36,74	0,27
CP2	150,15	38,29	0,26
CP3	129,06	35,79	0,28
CP4	154,29	34,22	0,22
CP5	131,90	33,30	0,25
	Média		0,25 \pm 0,02

Tabela 5.6. Contraste resultante do padrão granulado nos corpos de prova de PEAD.

	Média (μ_G)	Desvio Padrão (σ_G)	Contraste (C^*)
CP1	120,49	32,48	0,27
CP2	121,69	32,04	0,26
CP3	126,28	33,19	0,26
CP4	120,42	33,55	0,28
CP5	112,52	28,14	0,25
	Média		0.26 \pm 0.01

5.2. Avaliação das incertezas

Para a análise das incertezas, testes simples foram realizados de forma a prover informações práticas quantitativas em relação a precisão do arranjo experimental. Cada combinação de câmera, lente e iluminação, bem como padrão granulado, possui um erro de medição associada (Huchzermeyer, 2017). A incerteza pode ser determinada avaliando os erros derivados de campos de deformação comparando-se imagens estacionárias e imagens resultantes de uma translação de corpo rígido de conhecida magnitude e direção. Devido a

aleatoriedade do padrão granulado, a incerteza foi determinada para cada corpo de prova testado

Vale lembrar que em todos os ensaios, a fim de sincronizar a carga resultante, dada pela máquina de ensaio e o campo de deformação, posteriormente obtido pela correlação das imagens, cinco imagens foram capturadas antes do início efetivo do ensaio. Essas imagens estacionárias (carregamento zero) foram usadas para quantificar a incerteza. Sabe-se que entre imagens estacionárias a deformação calculada deve ser nula. Assim, ao correlacionar as imagens, qualquer campo de deformação resultante dá indicação do erro associada.

Além da correlação das imagens estacionárias para a obtenção da incerteza, translações de corpo rígido foram registradas para a avaliação da precisão da CID. Para isso fixou-se os corpos de prova apenas a garra superior da máquina, sendo esses deslocados com velocidade constante, descrevendo um movimento de corpo rígido. Como não há movimentação relativa dos grânulos que compõem o padrão, mas sim um deslocamento absoluto de todo o corpo de prova de acordo com a velocidade de ensaio, o campo de deformação resultante deve ser nulo. Com isso, todo o campo de deformação obtido pelo processo de correlação de imagens pode ser associado a erros da técnica CID, sendo possível mensurar a precisão da configuração empregada. Ao contrário do teste com imagens estacionárias, a translação do corpo rígido permite simular o ensaio real e assim registrar a evolução dos erros ao longo do ensaio. Sabe-se que durante o ensaio, devido a movimentação do corpo prova, erros associados a distorções do sistema de aquisição, mal posicionamento da iluminação ou até falta de alinhamento do corpo de prova, podem crescer geometricamente comprometendo drasticamente a precisão. Assim se faz necessário quantificar os erros associados e avaliar sua contribuição na determinação dos resultados.

Como todo o arranjo experimental foi mantido constante, focou-se a análise das incertezas nas contribuições do padrão granulado e da escolha dos parâmetros de correlação, como tamanho de *subset* e passo. As Figuras 5.9, 5.10 e 5.11 ilustram o típico campo de deformação resultante dos testes com imagens estacionárias e de translação de corpo rígido para os corpos de prova de PVC, PP e PEAD, respectivamente. As figuras de índice (a) retratam o erro associado ao cálculo da deformação transversal (ϵ_x) e as figuras de índice (b) exibem o erro resultante do cálculo da deformação longitudinal (ϵ_y) entre imagens estacionárias, enquanto que

as figuras de índice (c) indicam os erros na determinação do campo de deformação longitudinal (ϵ_y) decorrentes da translação de corpo rígido.

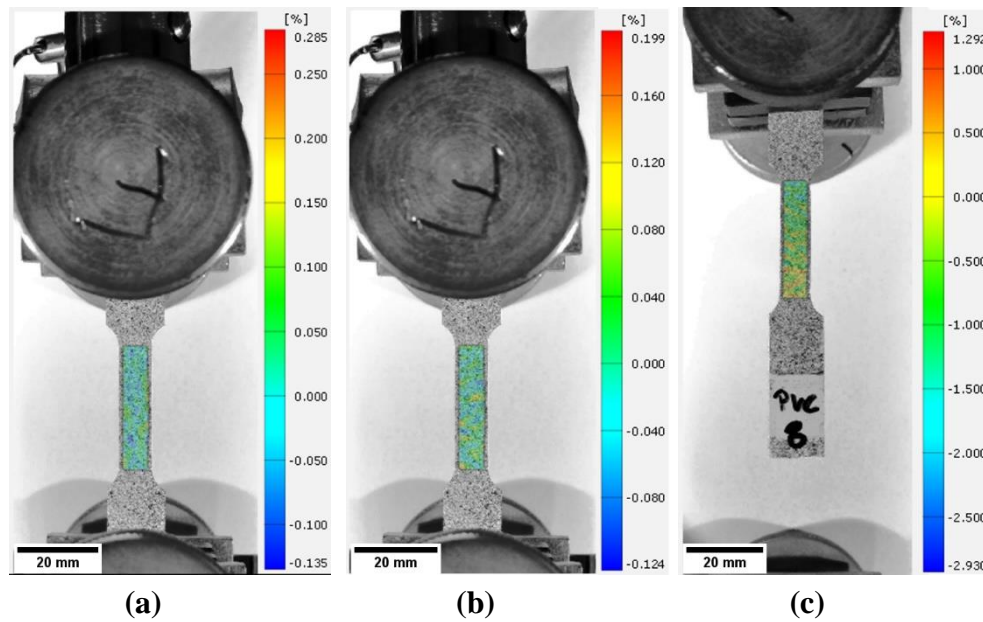


Figura 5.9. Campo de deformação (a) transversal (ϵ_x) e (b) longitudinal (ϵ_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de deformação longitudinal (ϵ_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PVC.

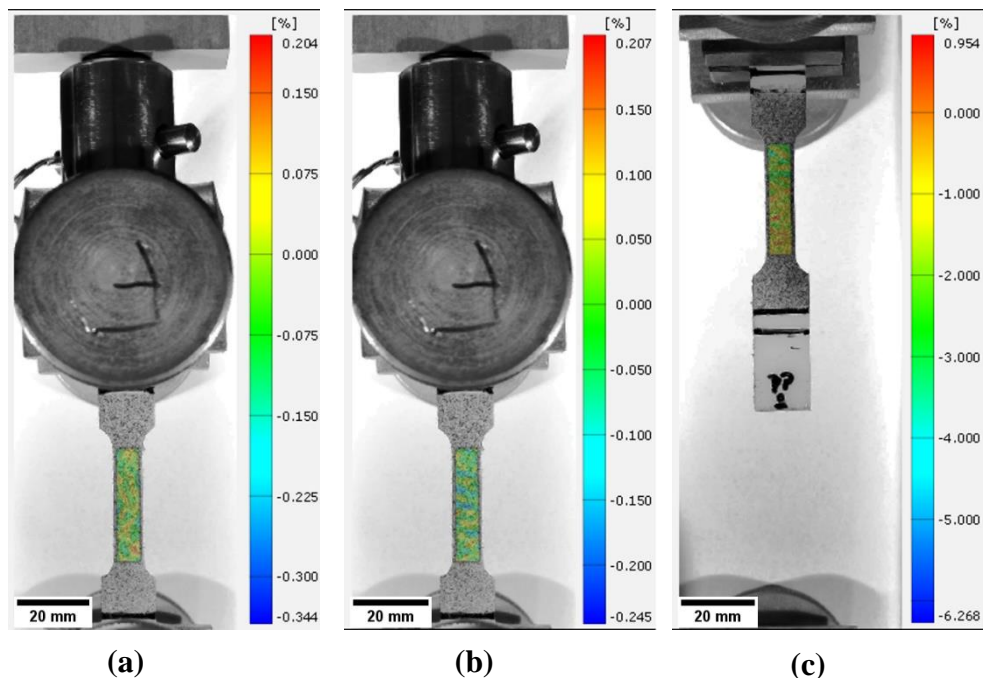


Figura 5.10. Campo de deformação (a) transversal (ϵ_x) e (b) longitudinal (ϵ_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de deformação longitudinal (ϵ_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PP.

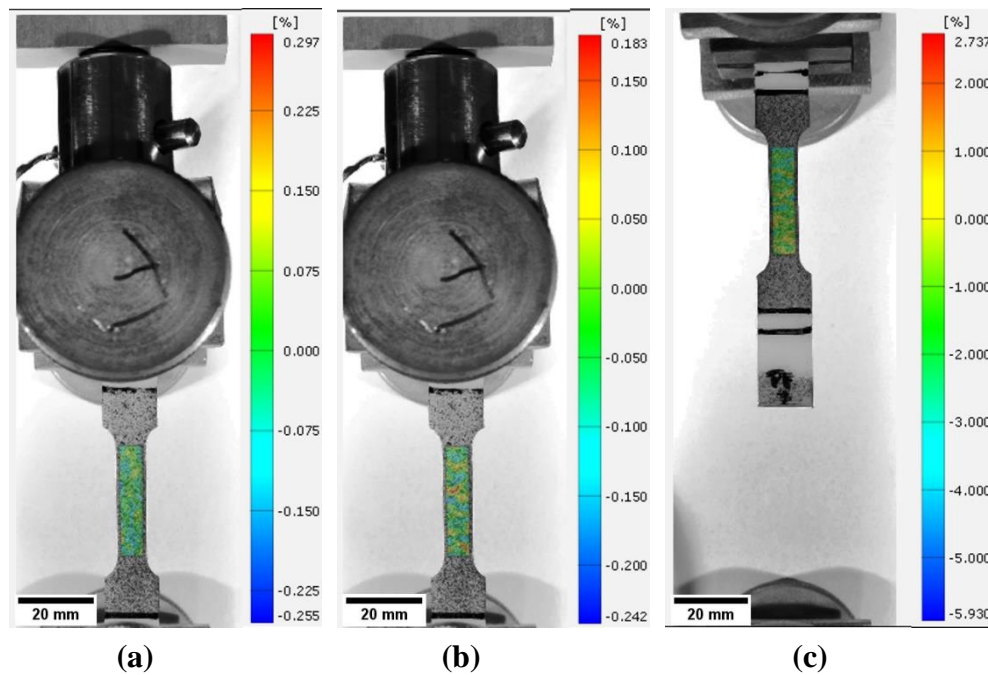


Figura 5.11. Campo de deformação (a) transversal (ϵ_x) e (b) longitudinal (ϵ_y) obtidos da correlação de imagens estacionárias e (c) campo de deformação longitudinal (ϵ_y) resultante da translação de corpo rígido um corpo de prova típico de PEAD.

Visualmente percebe-se que o erro associado a correlação das imagens estacionárias distribuiu-se homogeneamente ao longo de toda a seção útil, tanto para as deformação transversais (ϵ_x) (Figuras 5.9a, 5.10a e 5.11a) quanto para as deformações longitudinais (ϵ_y) (Figuras 5.9b, 5.10b e 5.11b), enquanto que o erro associado a translação do corpo rígido apresentou um pequeno gradiente de deformação, exibindo maiores valores na parte inferior da seção útil. Essa diferença de erro obtida ao longo da seção útil pode ser associada as distorções inerentes ao sistema de aquisição. Vale lembrar, que quanto mais se afasta do centro da imagem capturada, maiores podem ser os efeitos de distorção da lente sobre o campo de deformação resultante.

As Figuras 5.12, 5.13 e 5.14 destacam as médias e os desvios padrão dos erros obtidos pelo teste de correlação de imagens estacionárias para possíveis combinações de tamanho de *subset* e de passo nos diferentes corpos de prova. O intervalo de estudo para os parâmetros tamanho de *subset* e tamanho de passo foi definido de acordo com a capacidade de geração da malha. Como já descrito na seção de materiais e métodos experimentais, apenas os tamanhos de *subset* e passo que foram capazes de gerar uma malha de boa qualidade, ou seja, sem vazios e com

contornos bem definidos, foram selecionados. É possível perceber que de acordo com o corpo de prova e o tipo de material, a janela de estudo dos parâmetros de correlação variou. Enquanto que para os corpos de prova de PVC conseguiu-se avaliar as incertezas para um amplo intervalo de tamanho de *subset* e passo (Figura 5.12), para os corpos de prova de PEAD o intervalo de estudo foi diminuto (Figura 5.14).

É importante lembrar que em algoritmos da CID que tem por base o uso de *subsets* para a correspondência das imagens, como é o caso do *software GOM Correlate*, a variação de intensidade dos níveis de cinza dentro da área especificada precisa ser suficientemente grande de forma a prover as características requeridas para a similaridade local entre as diferentes partes da região de interesse. A variação dos níveis de cinza pode ser aumentada, incrementando-se o tamanho do *subset*. Como os padrões granulados obtidos apresentaram propriedades similares, discussão abordada na seção anterior, a dificuldade de se obter malhas de boa qualidade para combinações de tamanho de *subset* e de passo pequenos pode estar associada a (i) não ruptura dos corpos de prova de PEAD e PP, resultando em maiores deformações e tornando o processo de correlação mais dispendioso, (ii) maior estricção sofrida por esses últimos materiais, tornando mínima a área de seção útil e dificultando o processo de correlação e (iii) branqueamento dos corpos de prova ao longo do ensaio, principalmente os de PP e PEAD, devido ao alinhamento das cadeias com a aplicação do carregamento.

Apesar do erro resultante da correlação de imagens estacionárias ter variado de acordo com o corpo de prova e tipo de material a ser ensaiado, não houve variação significativa desse com relação a modificação do tamanho de *subset* e passo (5.12a, 5.13a e 5.14a). Ao contrário, o desvio padrão do erro correspondente as imagens estacionárias demonstrou constante decréscimo com o aumento dos parâmetros de correlação (Figura 5.12b, 5.13b e 5.14b). Naturalmente o tamanho do *subset* e do passo afetam diretamente o nível de suavização do ajuste local. Aumentando-se o tamanho do *subset* e do passo, obtém-se melhores ajustes locais, suavizando os resultados e por conseguinte diminuindo o desvio padrão nas medições.

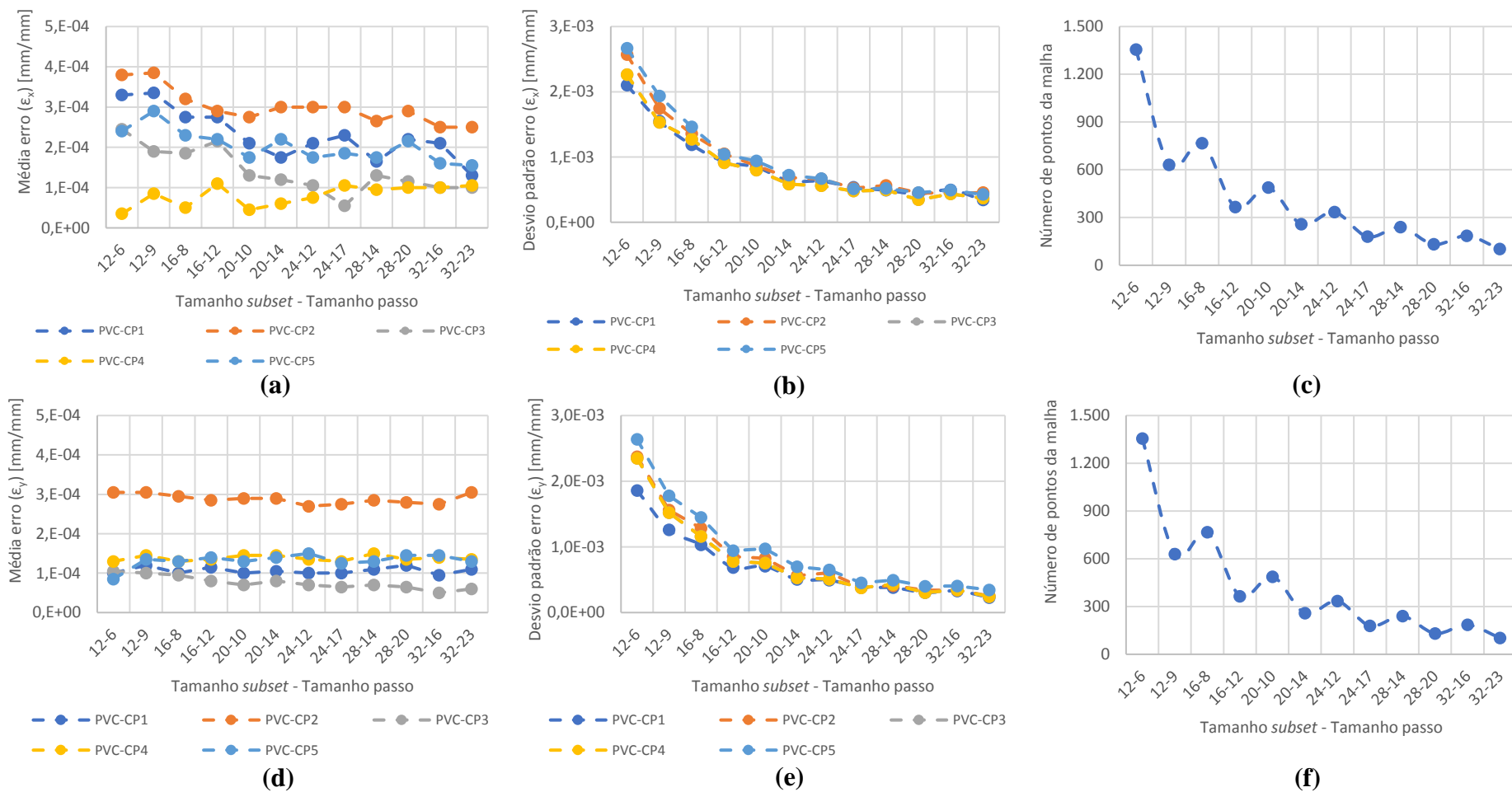


Figura 5.12. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PVC. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de *subset* e passo ((c) e (f)).

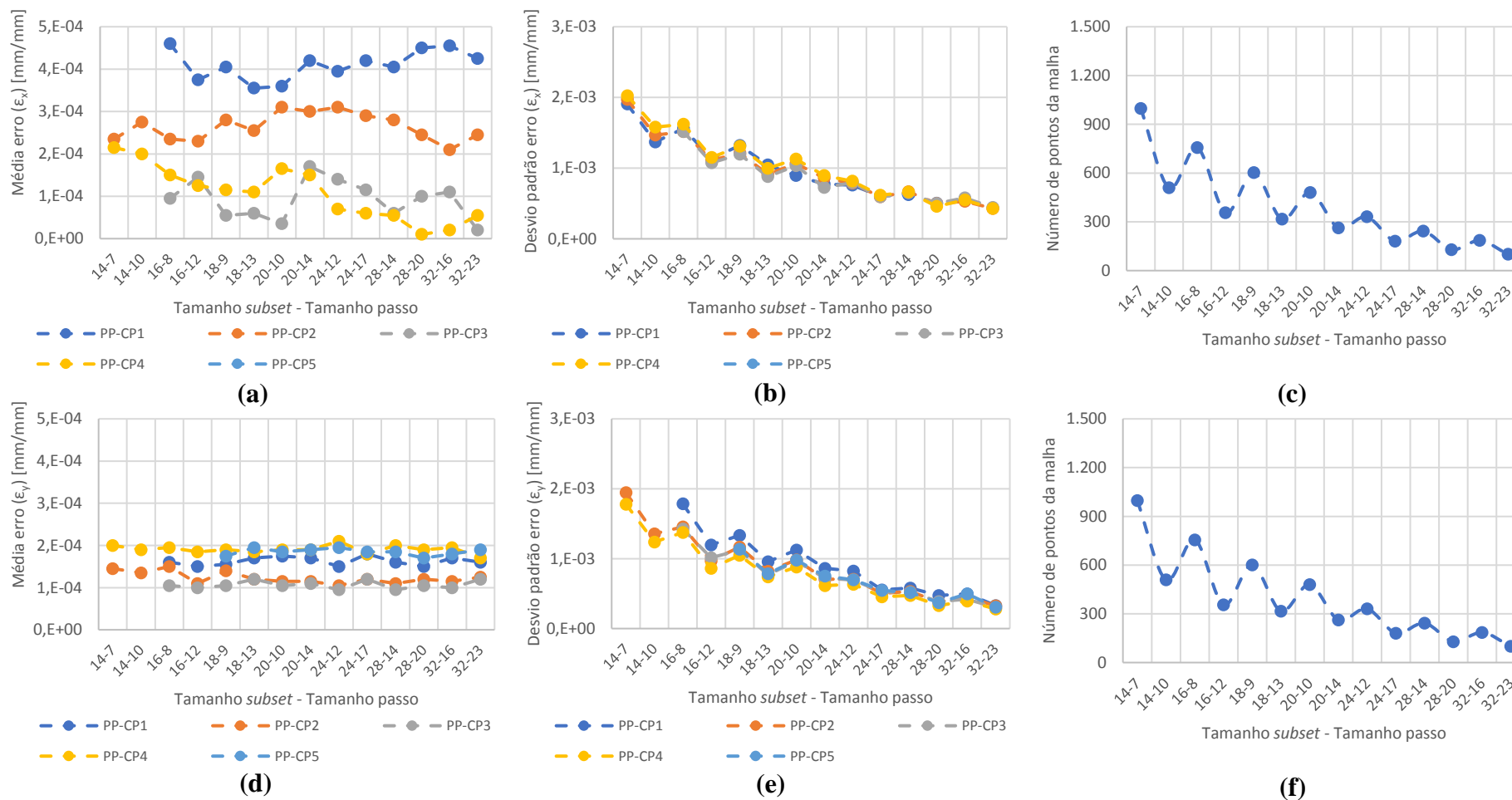


Figura 5.13. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PP. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de *subset* e passo ((c) e (f)).

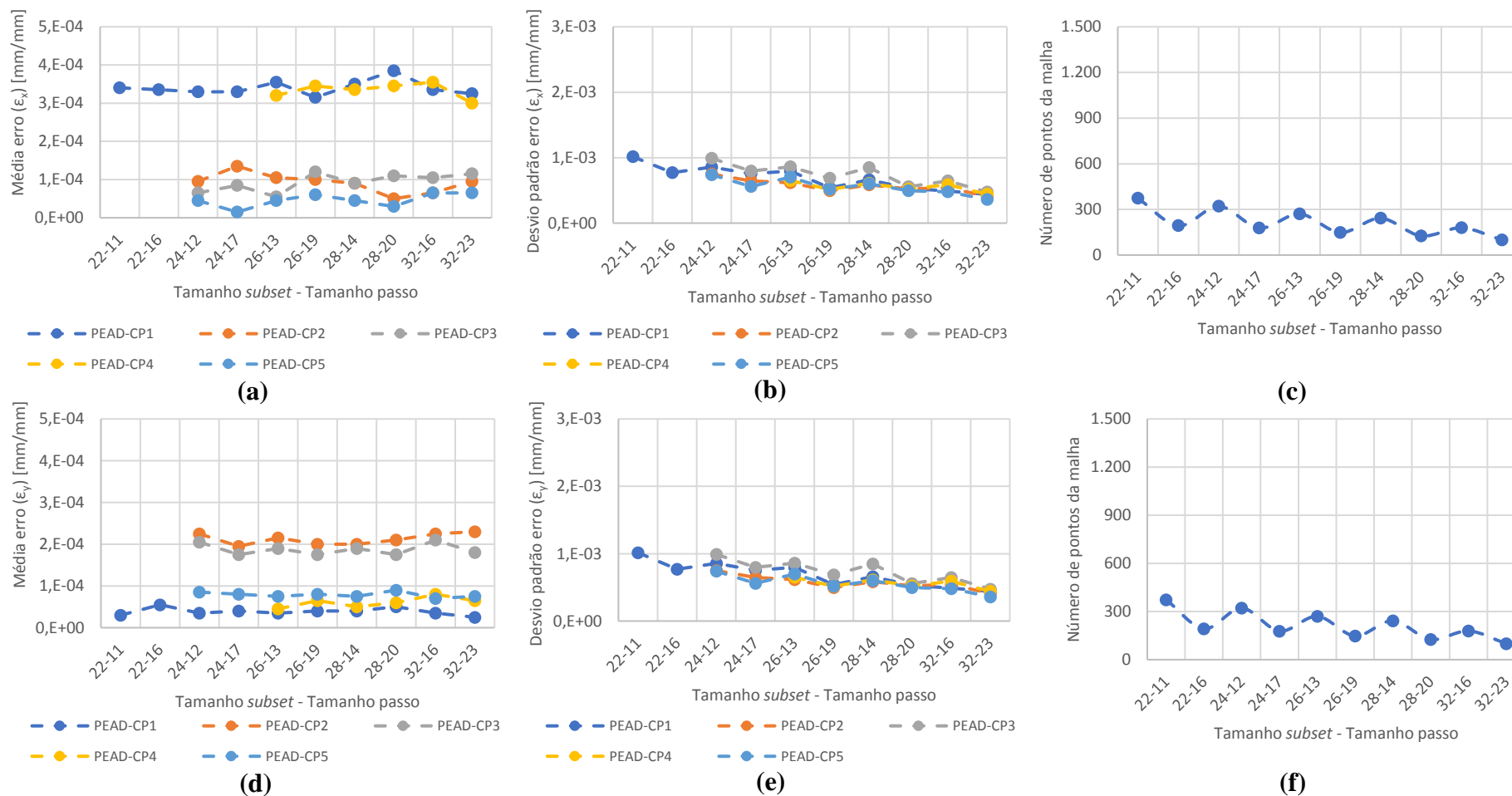


Figura 5.14. Média e desvio padrão do erro dos campos de deformação transversal ((a) e (b)) e longitudinal ((d) e (e)) resultantes da correlação das imagens estacionárias nos corpos de prova de PEAD. Pontos da malha obtidos para determinado tamanho de *subset* e passo ((c) e (f)).

Quando se tem um campo de deformação homogêneo por toda a região de interesse, o aumento do tamanho do *subset* e do passo podem elevar a precisão do cálculo da deformação, entretanto quando se tem deformações localizadas e assim um campo de deformação heterogêneo resultante, o aumento do tamanho do *subset* pode tornar o campo de deformação uniforme, mascarando os resultados nas regiões de deformação localizada (Lecompte et al., 2006; Schreier et al., 2000). O uso de tamanhos de *subset* e de passo menores aumenta o número de pontos na malha gerada e assim leva a maior resolução espacial (Figura 5.12c, 5.13c e 5.14c).

Entretanto ao passo que se ganha em resolução pode-se perder em precisão. Portanto a escolha do tamanho do *subset* e do passo deve resultar de um compromisso entre resolução e precisão. Sabe-se que os polímeros termoplásticos apresentam estricção ao longo do ensaio de tração resultando em um campo de deformação heterogêneo sobre a área de seção útil. Todavia a resolução necessária para avaliar essas regiões não necessita ser tão alta assim como em estudos de propagação de trincas que lidam com altas concentrações de tensão, por exemplo. Com isso para o cálculo do campo de deformação, a combinação de tamanho de *subset* e de passo 24-12 foi escolhida.

Ao contrário dos testes com imagens estacionárias, onde calculou-se o erro para todos os corpos de prova ensaiados, no teste de translação de corpo rígido um único corpo de prova foi testado para cada material, onde se obteve o comportamento típico do erro para cada tipo de material. Os valores de média e desvio padrão obtidos para os erros associados a translação de corpo rígido seguiram o mesmo comportamento dos derivados das imagens estacionárias quanto aos materiais testados e a escolha do tamanho de *subset* e de passo (Figura 5.15). Contudo, os erros de deformação longitudinal (ϵ_y) obtidos do teste de translação de corpo rígido foram uma ordem de grandeza superiores aos obtidos pela correlação das imagens estacionárias. Apesar do contundente aumento em valor absoluto do erro, verificando-se a relatividade de sua contribuição no campo de deformação longitudinal (ϵ_y) resultante ao longo do ensaio, a significância do erro associado a translação de corpo rígido sobre o resultado pode ser considerada mínima (Figura 5.16).

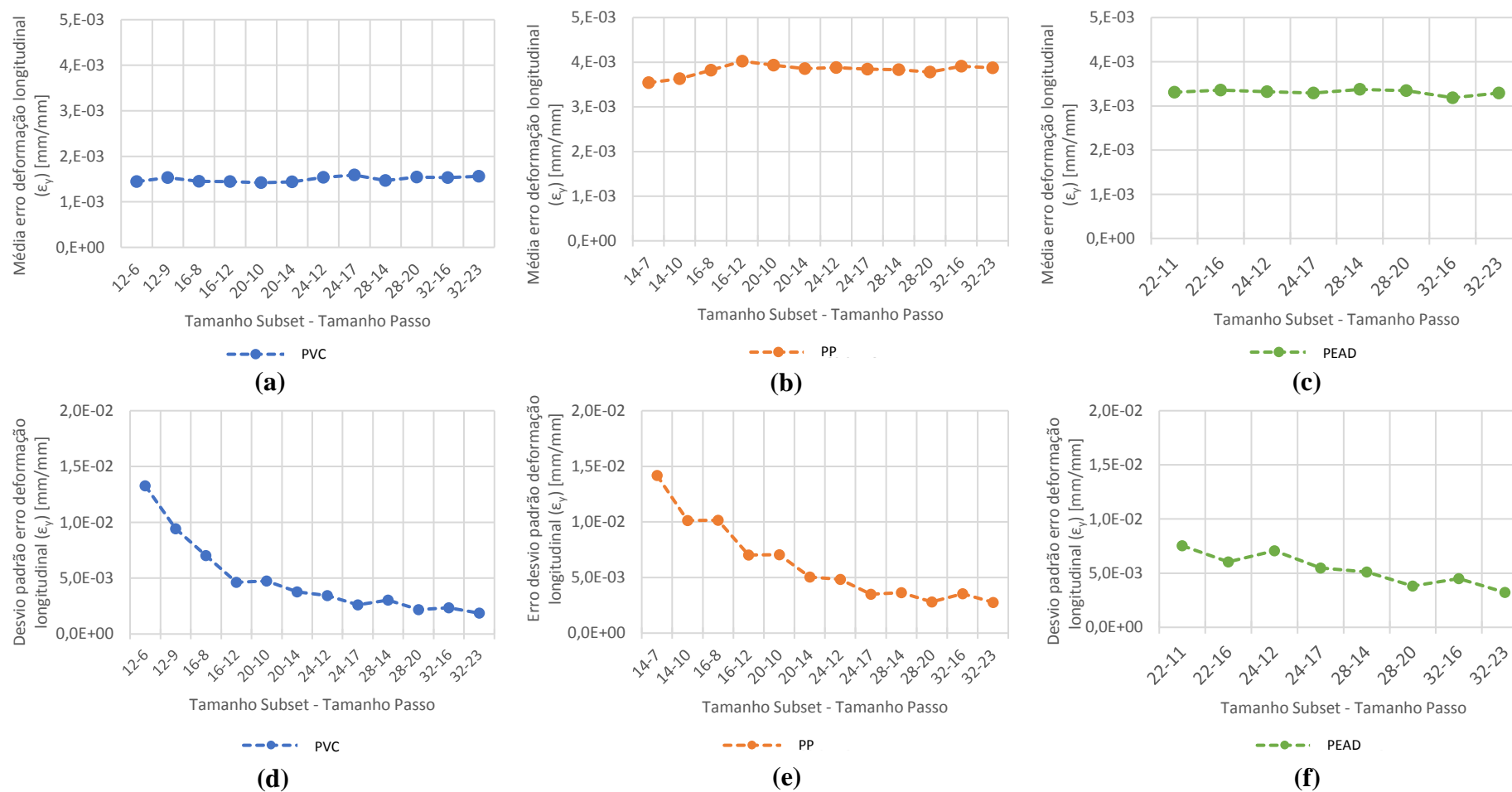


Figura 5.15. Média e desvio padrão do erro encontrado no teste de translação de corpo rígido para diferentes combinações de tamanho de *subset* e passo em corpos de prova típicos de PVC ((a) e (d)), PP ((b) e (e)) e PEAD ((c) e (f)).

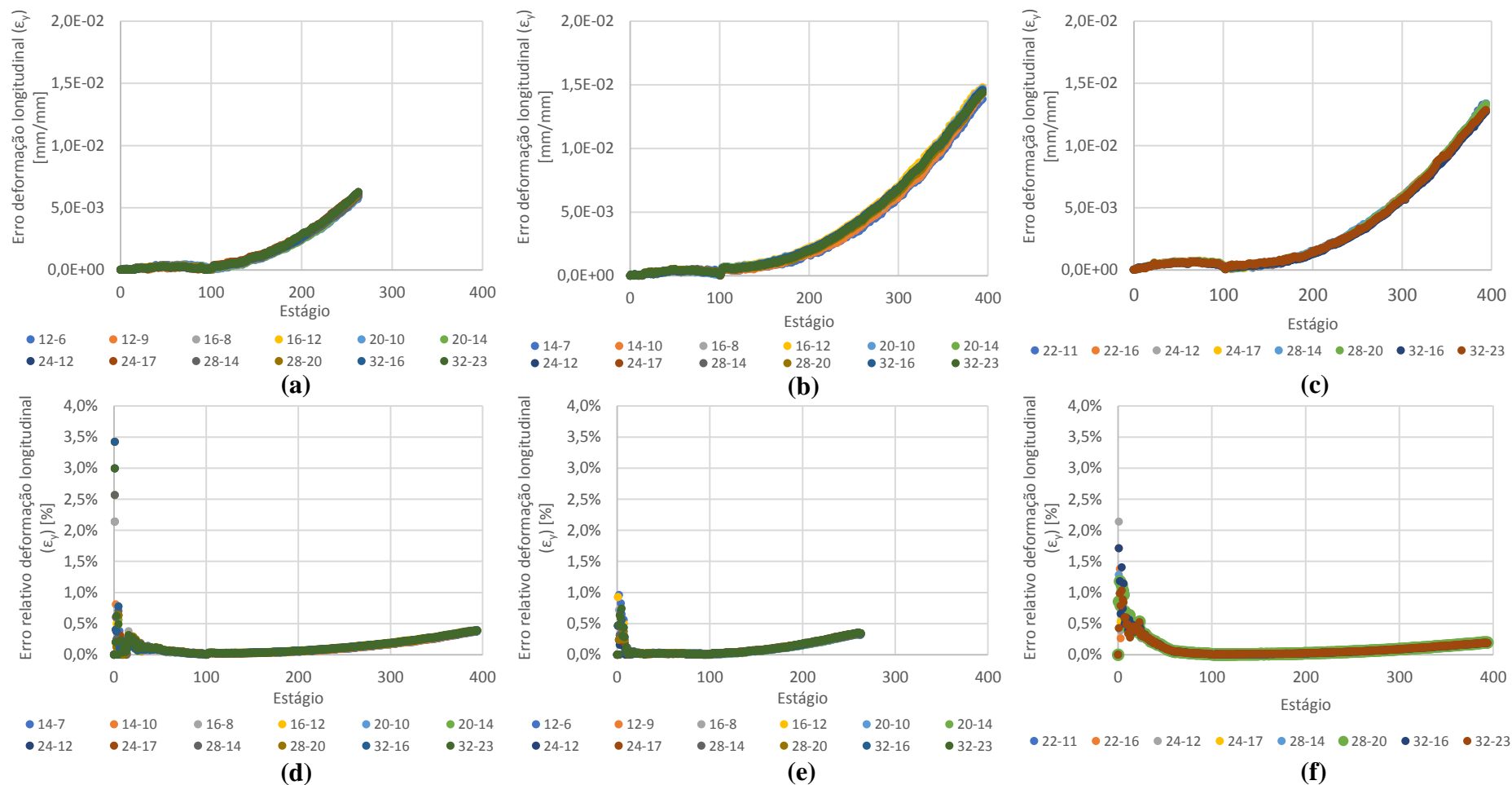


Figura 5.16. Evolução do erro absoluto e relativo encontrado nos teste de translação de corpo rígido para diferentes combinações de tamanho de *subset* e passo em corpos de prova típicos de PVC ((a) e (d)), PP ((b) e (e)) e PEAD ((c) e (f)).

A Figura 5.16 expõe a evolução do erro e sua contribuição relativa ao longo dos estágios de ensaio para os diferentes tipos de corpos de prova e combinação de tamanho de *subset* e de passo. Fica claro que os erros decorrentes da translação de corpo rígido aumentaram ao longo do ensaio (Figuras 5.16a, 5.16b e 5.16c). Entretanto, deve-se ter em mente que o campo de deformação medido também é crescente com o deslocamento do corpo de prova. Assim o erro relativo obtido na determinação do campo de deformação longitudinal foi em média menor do que 0,2% (Figuras 5.16d, 5.16e e 5.16f).

A Tabela 5.7 resume os valores de erro resultantes da correlação de imagens estacionárias e de translação de corpo rígido para os diferentes tipos de materiais ensaiados considerando a escolha da combinação 24-12 para o tamanho do *subset* e de passo. A norma ASTM D638 define alguns limites de erro aceitáveis para a determinação da deformação em polímeros. Para baixas deformações, até o escoamento, por exemplo, requer-se um erro fixo de 0,001 mm/mm, enquanto que para altas deformações, maiores que 20%, erros relativos de não mais que 10% do valor medido são aceitáveis. A norma também especifica o erro máximo da deformação permitido para os extensômetros que é de 0,0002 mm/mm. Percebe-se que os erros encontrados para a configuração da técnica CID usada ficaram abaixo dos limites aceitáveis da norma e aproximaram-se da precisão dos extensômetros.

Tabela 5.7. Média e desvio padrão do erro resultante da correlação imagens estacionárias e de translação de corpo rígido nos diferentes tipos de materiais para uma configuração de tamanho de *subset* e de passo de 24-12.

Erro (imagens estacionárias)			
	PVC	PP	PEAD
ε_x [mm/mm]	$1,64E-4 \pm 6,25E-4$	$2,29E-4 \pm 8,23E-4$	$1,34E-4 \pm 8,34E-4$
ε_y [mm/mm]	$1,45E-4 \pm 5,40E-4$	$1,51E-4 \pm 7,12E-4$	$1,38E-4 \pm 7,61E-4$
Erro (translação de corpo rígido)			
	PVC	PP	PEAD
ε_y [mm/mm]	$1,54E-3 \pm 3,44E-3$	$3,88E-3 \pm 4,83E-3$	$3,32E-3 \pm 7,08E-3$
Erro relativo (ε_y)	$0,11\% \pm 0,56\%$	$0,08\% \pm 0,61\%$	$0,10\% \pm 0,80\%$

5.3. Avaliação do comportamento mecânico

As Figuras 5.17, 5.18 e 5.19 apresentam o comportamento macroscópico típico desenvolvido pelos corpos de prova de PP, PEAD e PVC e a taxa de deformação medida por meio do campo de deformação da CID 2D e do alongamento do extensômetro simulado ao longo do ensaio. Diante da maior sensibilidade na determinação do campo de deformação na seção crítica, devido principalmente aos efeitos da estricção (diminuta ou extremamente alongada região de interesse), a taxa de deformação exibida para a CID 2D foi obtida pela média móvel correspondente a cinco medições. Para ilustrar a constante taxa de deslocamento imposta pela máquina de ensaio ao corpo de prova, a taxa de deformação associada a velocidade de ensaio (Máquina) também foi apresentada.

No geral, os materiais ensaiados exibiram um comportamento macroscópico (Figuras 5.17, 5.18 e 5.19) típico de um polímero semicristalino, perpassando pelas etapas: (i) deformação elástica, (ii) escoamento, (iii) estiramento constante e (iv) encruamento. Inicialmente, os corpos de prova alongaram-se elasticamente deformando-se homogeneamente ao longo de toda a seção útil. A deformação homogênea persistiu até o escoamento, onde devido à estricção, os corpos de prova apresentaram um aumento de deformação localizado, refletido no escoamento de parte da seção útil e redução localizada da área de seção transversal. Com a continuidade do alongamento, uma redução significativa da área de seção transversal ocorreu, persistindo até que uma máxima redução fosse alcançada, exibindo ao final, na área estriccionada, um pescoço bem definido. Diante da incapacidade de maiores reduções de área de seção transversal, a propagação do pescoço foi iniciada, continuando até que todo o comprimento útil fosse alcançado, refletindo em um estiramento constante. Com o consumo de todo o comprimento útil e consequente término da propagação, os corpos de prova voltaram a se deformar uniformemente, seguido os efeitos do encruamento.

Diante do interrompimento forçado do ensaio diante do alcance do deslocamento máximo permitido pela máquina de ensaio, os corpos de prova de PP e PEAD não exibiram os efeitos do encruamento. As últimas imagens capturadas para esses polímeros (Figuras 5.18 e 5.19) apresentam um campo heterogêneo de deformação, consequência ainda da propagação do pescoço.

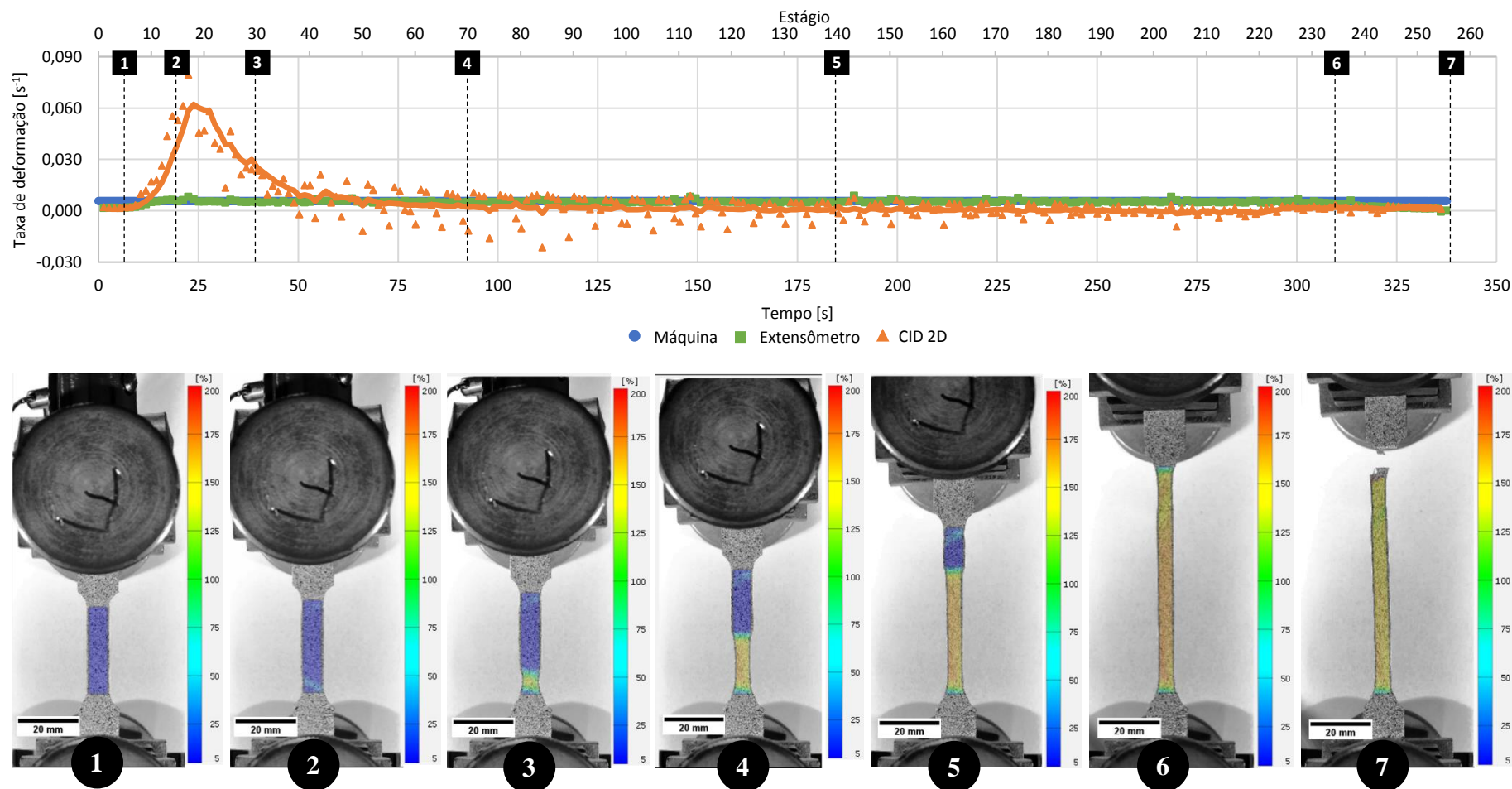


Figura 5.17. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PVC e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.

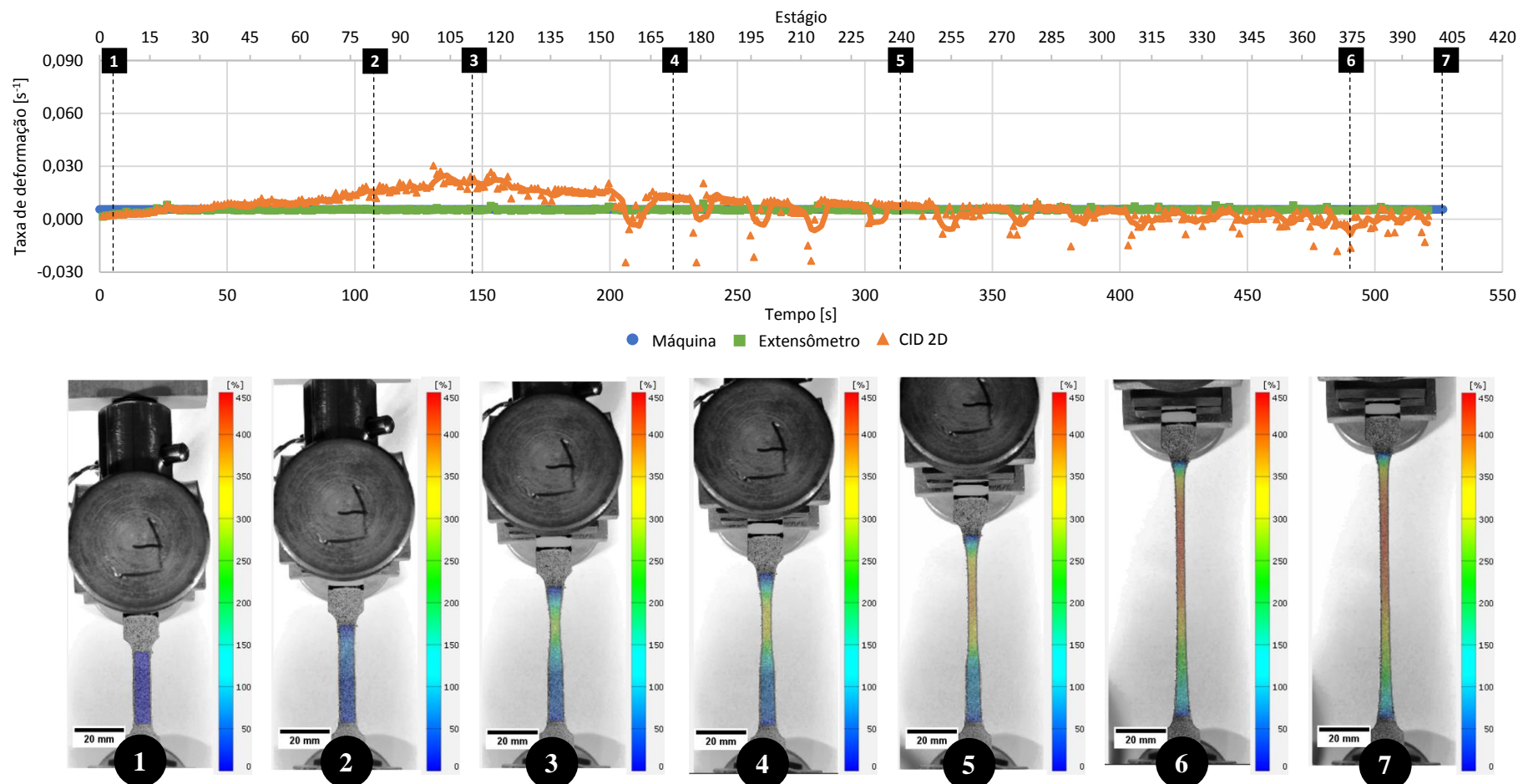


Figura 5.18. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PP e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.

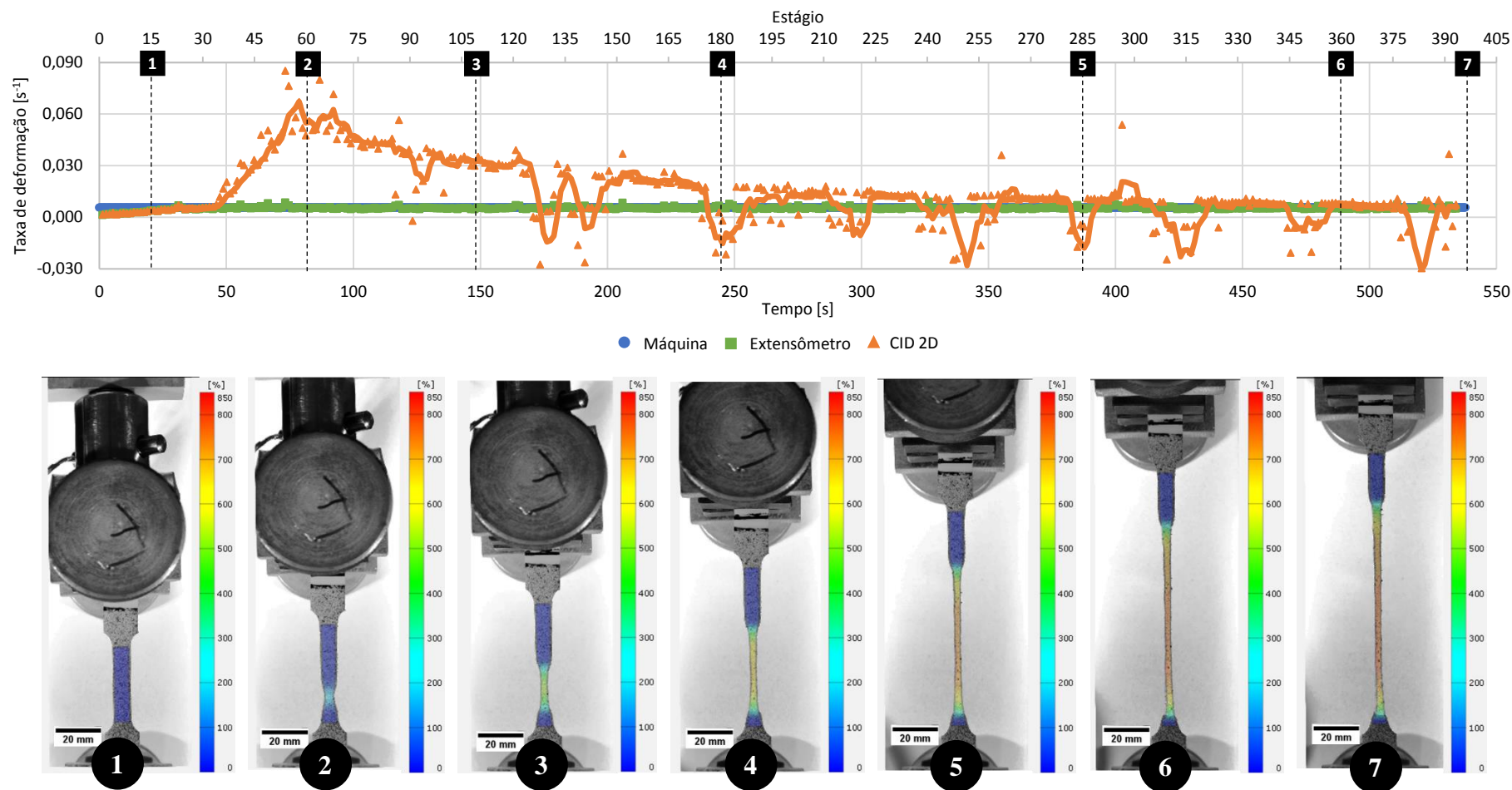


Figura 5.19. Comportamento macroscópico típico apresentado por corpos de prova de PEAD e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.

Comparando-se as taxas de deformação obtidas pelos diferentes métodos de medição (Figuras 5.17, 5.18 e 5.19), vê-se que as medidas exibidas pelo extensômetro simulado são incapazes de refletir o comportamento macroscópico apresentado pelos polímeros. Embora no início do ensaio, extensômetro e CID 2D conduziram a semelhantes medições da taxa de deformação devido a deformação homogênea do corpo de prova, com o início da estricção as medições apresentadas por ambas as técnicas dissociaram-se completamente. Enquanto a CID 2D conseguiu refletir o aumento da taxa de deformação devido a contínua localização da deformação, o extensômetro exibiu uma taxa de deformação constante e igual a imposta pela máquina. Deve-se lembrar que as medições retratadas pela simulação do extensômetro baseiam-se no distanciamento entre dois elementos presentes nos limites superior e inferior da seção útil, fazendo com que estes sejam incapazes de reproduzir qualquer efeito localizado interno, exibindo sempre uma resposta média do comportamento de toda a seção útil.

Para a maioria dos materiais, e especialmente para os polímeros, a deformação é um processo viscoso no sentido de que, para aumentar a taxa de deformação, a tensão aplicada deve ser aumentada. Consequentemente, mesmo em materiais que exibem uma queda de tensão após o escoamento, ou seja, que sofrem estricção e tendem a formar regiões de alta deformação localizada, a taxa de deformação refletida no pescoço só pode aumentar até um grau limitado dependendo das características do material (Bowden, 1970)

Pode-se verificar que a taxa de deformação máxima mensurada pela CID 2D foi alcançada durante a estabilização do pescoço e em seguida diminui com a sua propagação até um patamar mínimo, onde se manteve constante por grande parte do ensaio até o encruamento. Apesar de bem próximo da taxa de deformação medida pelo extensômetro e imposta pela máquina, a taxa de deformação obtida pela CID 2D apresentou um constante *offset* no patamar mínimo. Com o encruamento e a consequente obtenção de um campo de deformação homogêneo, as medições obtidas pelo extensômetro e pela CID 2D voltaram a se encontrar igualando-se também a taxa de deformação imposta pela máquina.

A máxima taxa de deformação, assim como a do patamar mínimo, obtida pela CID 2D variou de acordo com o tipo de material ensaiado. O PVC e o PEAD ($\cong 0,06 \text{ s}^{-1}$) (Figura 5.17 e 5.19) apresentaram valores de taxa de deformação superiores ao do PP ($\cong 0,03 \text{ s}^{-1}$) (Figura 5.18).

A Figura 5.20 apresenta as respostas mecânicas típicas encontrada nos corpos de prova de PVC, PP e PEAD mediante a medição da deformação por meio da CID 2D e do extensômetro simulado. Assim como na taxa de deformação, fica clara a diferença entre as medições obtidas com o extensômetro e o uso técnica CID. Embora para baixas deformações (Figura 5.20b), não haja distinção de comportamento da resposta mecânica obtida pelos dois métodos de medição, após o escoamento, as curvas obtidas por meio do extensômetro apresentaram uma queda mais abrupta na tensão comparada as resultantes da CID 2D. A inconsistência das medidas pode ser associada a estricção. Com a formação do pescoço têm-se o aparecimento de uma deformação localizada. Embora com CID 2D consiga-se monitorar a evolução do pescoço, acompanhando a deformação localizada e efetuando sua medição, o uso do extensômetro apenas permite o cálculo da deformação média ao longo da seção útil, refletindo em um menor valor de deformação comparado a técnica CID. É importante destacar que com a propagação do pescoço, devido ao contínuo alongamento do corpo de prova, ao final, diante dos efeitos do encruamento, um campo de deformação homogênea ao longo da seção útil é novamente obtido e as curvas levantadas pela CID 2D e pelo extensômetro novamente se encontram. Deve-se lembrar que os corpos de prova de PVC foram os únicos levados até a ruptura. Com isso, o reencontro das medições do CID 2D e do extensômetro não fica tão claro nas curvas de tensão-deformação verdadeira levantadas para o PEAD e para o PP comparando-se com as obtidas para o PVC, uma vez que os corpos de prova de PEAD e PP não encruaram.

Além da mudança de curva tensão-deformação verdadeira com o método de medição, por meio da Figura 5.20 pode-se verificar também que os polímeros exibiram uma resposta mecânica marcadamente diferente. Enquanto o PVC apresentou uma alta rigidez, refletida pela elevada inclinação da curva na região elástica, os corpos de prova de PP e PEAD exibiram alta ductilidade. Mesmo com as medições derivadas da CID 2D, o PVC exibiu ainda um aparente pico de tensão no escoamento, enquanto que o PP e o PEAD apresentaram uma transição no escoamento menos abrupta. Deve-se lembrar que os materiais ensaiados são polímeros semicristalinos e assim dependem significativamente da temperatura de ensaio. Para temperaturas de ensaio acima da temperatura de transição vítrea ($T > T_g$), as forças intermoleculares, representadas em grande parte pelas ligações de van der Waals, são facilmente superadas, encontrando-se o polímero no estado

borrachoso, apresentando assim um comportamento próximo a borracha de alta ductilidade e baixa rigidez. Por outro lado para temperaturas de ensaio abaixo da temperatura de transição vítrea ($T < T_g$), as ligações secundárias de van der Waals são efetivas, estando o polímero no estado vítreo, exibindo assim o material alta rigidez e baixa ductilidade (G'sell & Dahoun, 1994).

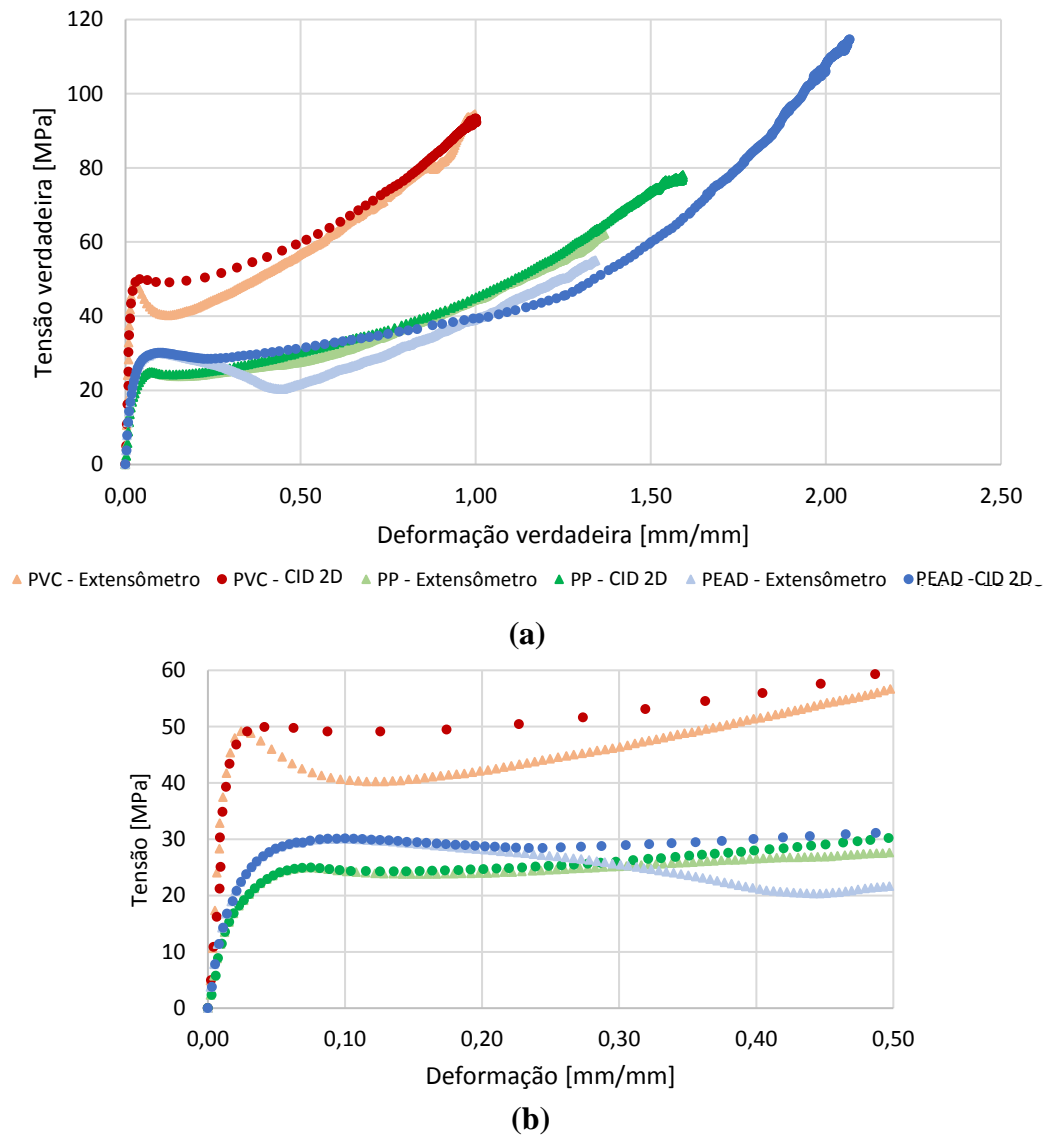


Figura 5.20. (a) Curvas típicas de tensão-deformação verdadeira obtidas para o PVC, PP e PEAD. As curvas de cor escura correspondem a medições realizadas por meio da 2D CID, enquanto que as curvas de cor clara são resultantes da deformação medida pelo extensômetro simulado. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.

Como mostrado na seção de conceituação teórica, devido a estrutura química e morfologia, o PP e o PEAD exibem temperaturas de transição vítrea (T_g)

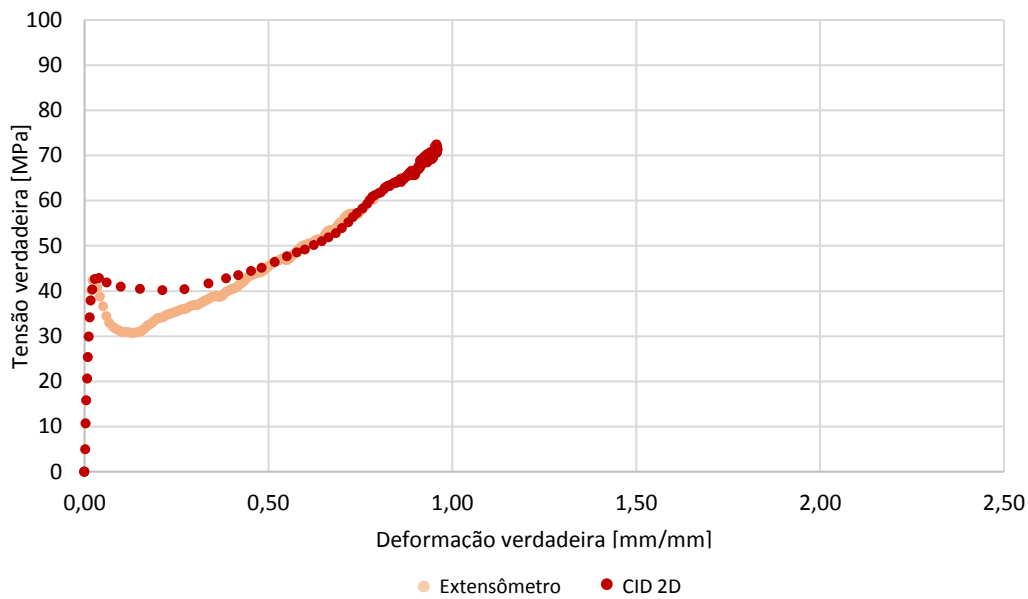
relativamente baixas, -125°C para o PEAD e -30°C para o PP, encontrando-se no estado borrachoso para a temperatura de ensaio empregada ($T = 30^{\circ}\text{C}$). Por outro lado, o PVC exibe temperatura de transição vítrea relativamente alta ($T_g = 50^{\circ}\text{C}$) comparada a temperatura de ensaio ($T = 30^{\circ}\text{C}$), estando no estado vítreo.

É importante destacar que nem todos os corpos de prova de PVC e PEAD apresentaram o comportamento característico ilustrado nas Figuras 5.17, 5.18 e 5.19. Dois dos cinco corpos de prova de PVC romperam-se antes de encruar e dois dos cinco corpos de prova de PEAD exibiram formação de um duplo pescoço.

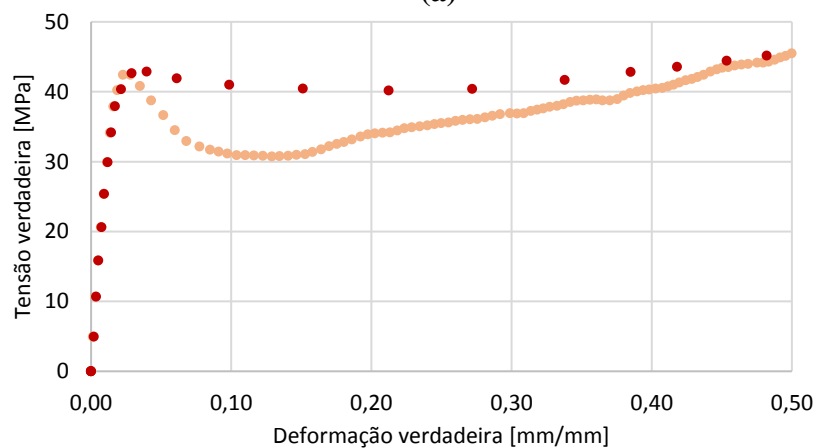
A Figura 5.21 exibe a curva tensão-deformação resultante nos corpos de prova de PVC que romperam antes de encruar e a Figura 5.22 ilustra o comportamento macroscópico associado. Pode-se perceber que tanto a deformação macroscópica quanto a resposta mecânica exibidas pelos corpos de prova que não encruaram (Figura 5.21) seguiram o mesmo comportamento refletido pelos corpos de prova que encruaram (Figura 5.17), diferenciando-se apenas quanto ao aumento da deformação ao final da resposta mecânica e retorno ao campo de deformação uniforme no comportamento macroscópico, características inerentes ao encruamento. A ruptura prematura do material pode estar ligada a diversos fatores que alteram o comportamento de falha dos polímeros, como: (a) estrutura química, (b) morfologia, (c) grau de cristalinidade, (d) peso molecular, (e) rigidez dos grupos laterais, (f) orientação das cadeias, (g) presença de aditivo, modificadores ou impurezas, (h) histórico térmico, (i) variações na geometria da amostra, (j) defeitos incorporados nas amostras duante o processamento ou fabricação e (k) temperatura e taxa de deformação do ensaio (Bicerano, 2002; Singh, 2016; Vincent, 1972).

No caso do PVC pode-se destacar o peso molecular e a proporção de plastificantes (Titow, 1990, 1986). Não é difícil que durante um processo de produção comercial, como extrusão ou injeção, o produto obtido seja anisotrópico, exibindo diferentes propriedades ao longo de suas dimensões. O controle sobre o comprimento das cadeias e a quantidade exata de plastificantes pode ser difícil, levando a uma variação significativa no comportamento mecânico final. O peso molecular e sua distribuição afetam diretamente o movimento das cadeias. Polímeros com alto peso molecular exibem alta rigidez e baixa ductilidade devido a forte interação existente entre as cadeias, impedindo o deslizamento entre elas, provocando assim uma restrição a deformação, o que pode levar a uma falha precoce do material. Deve-se lembrar que o PVC é naturalmente rígido e exibe certa

ductilidade devido a presença de plastificantes. Proporções de plastificantes abaixo da ideal podem resultar em uma diminuição da flexibilidade e da ductilidade, levando a uma ruptura prematura.



(a)



(b)

Figura 5.21. (a) Curva tensão-deformação verdadeira obtida para os corpos de prova de PVC que não encruaram. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.

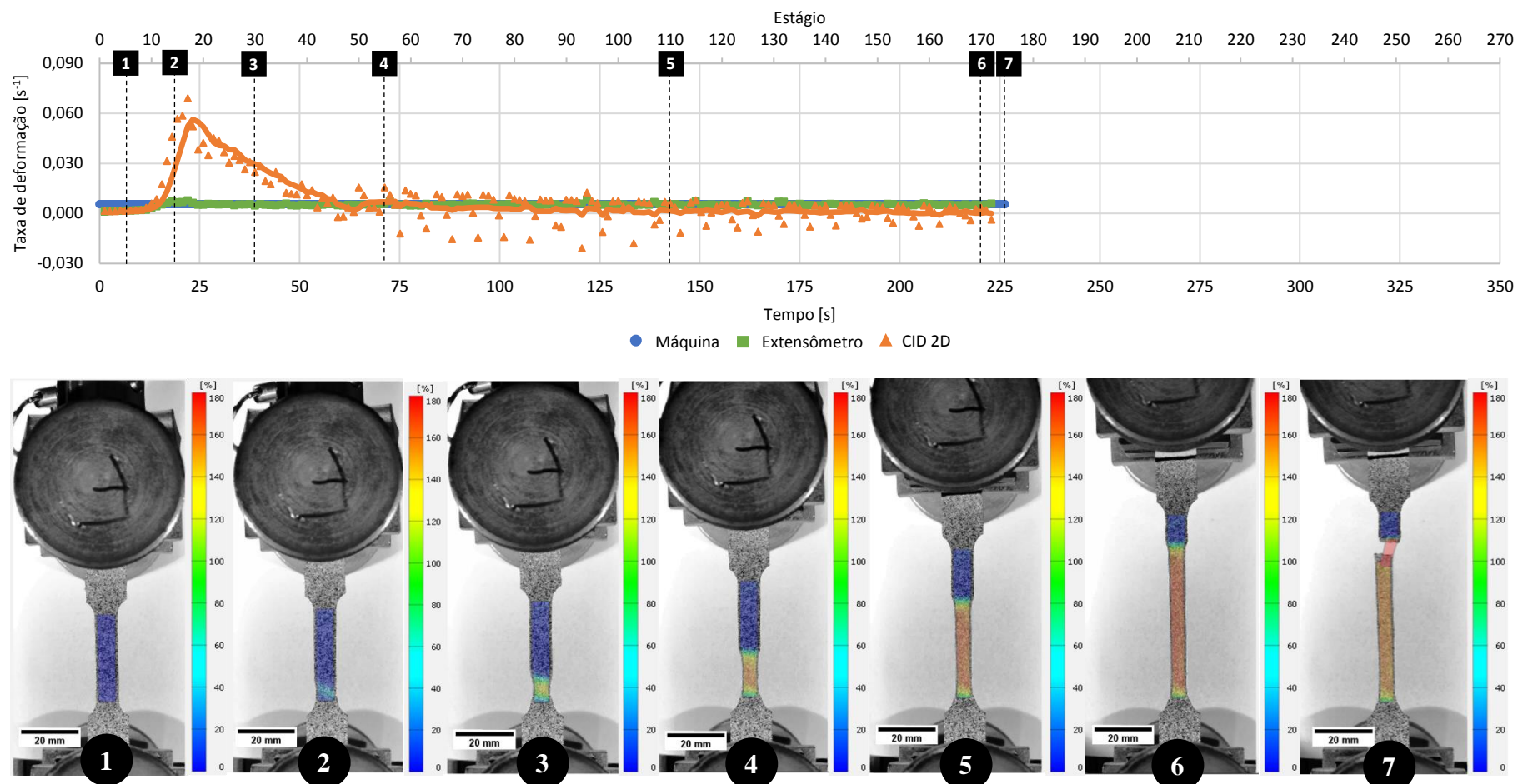
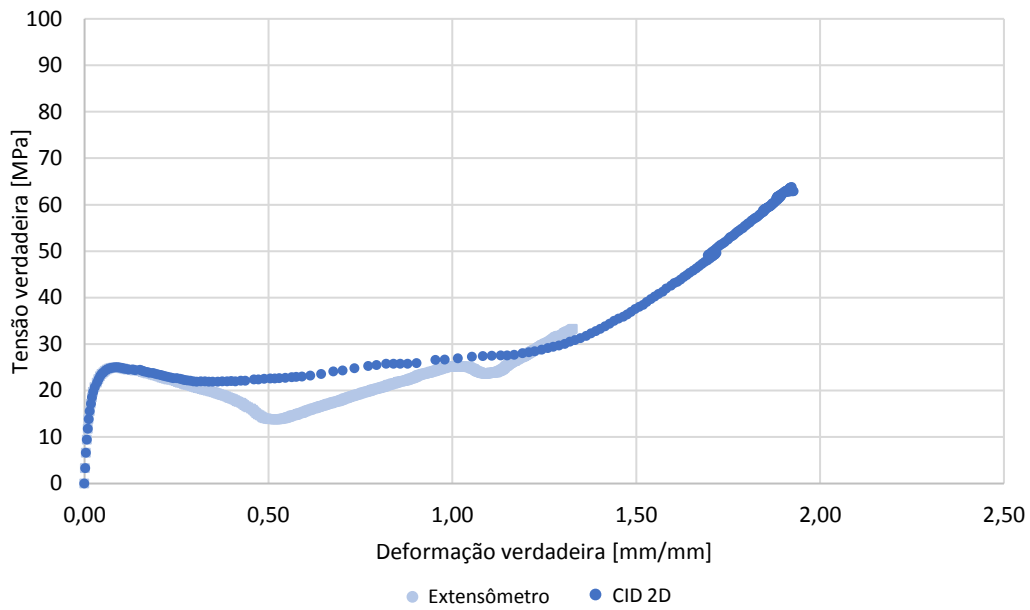


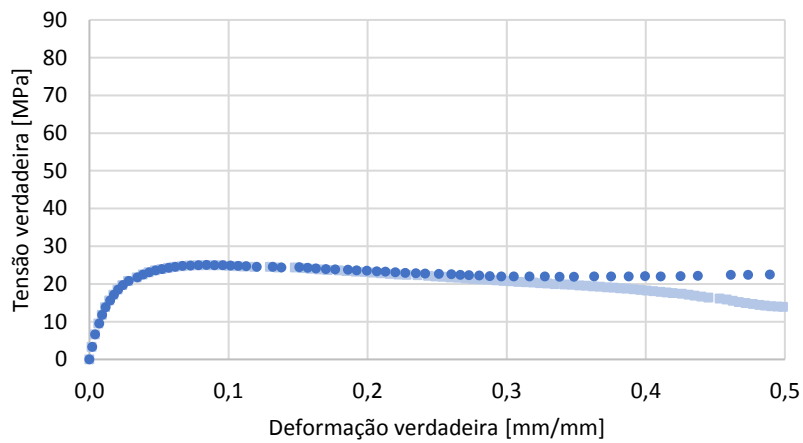
Figura 5.22. Comportamento macroscópico apresentado pelos corpos de prova de PVC que não encruaram e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.

A Figura 5.23 exibe a curva tensão-deformação associada aos corpos de prova de PEAD e a Figura 5.24 ilustra o comportamento macroscópico dos corpos de prova de PEAD que apresentaram a formação de um segundo pescoço. É possível perceber que nos corpos de prova de PEAD que apresentaram duplo pescoço, uma segunda região de deformação localizada pode ser vista na parte superior desde o começo da formação do primeiro pescoço (Figura 5.24). Entretanto, para baixas deformações, apenas o pescoço presente na região inferior desenvolve-se e propaga-se até uma taxa de deformação constante. Com a propagação do pescoço inferior até a metade do corpo de prova, o segundo pescoço começa a se formar definitivamente, propagando-se em direção ao centro até o final do ensaio. Ao final uma protuberância de forma nodular permanece próxima ao centro do corpo de prova. Em comparação a resposta mecânica dos corpos de prova de PEAD típicos (Figura 5.19), pode-se perceber que a formação do segundo pescoço levou a uma pequena queda na curva tensão-deformação verdadeira resultante das medições com o extensômetro e a uma redução significativa da tensão máxima alcançada nas curvas obtidas por meio do CID 2D.

A razão básica para a estricção nos corpos de prova em tração é a não uniformidade. A estricção é fruto de um aumento localizado de deformação. Na literatura possíveis fontes de localização do escoamento foram identificadas de acordo com as instabilidades apresentadas pelos polímeros. Foi demonstrado que a estricção é provável de ser iniciada por (i) defeitos geométricos, que corresponde a redução da seção transversal do corpo de prova, (ii) defeitos estruturais, em que a resistência do material é localmente menor, ou por (iii) defeitos mecânicos, onde o material sofreu uma pré-deformação local antes do início da extensão (G'Sell et al., 1992). Dependendo da magnitude e combinação desses efeitos, mais de uma área do corpo de prova pode sofrer estricção.



(a)



(b)

Figura 5.23. (a) Curva tensão-deformação verdadeira obtida para os corpos de prova de PEAD que apresentaram duplo pescoço. (b) Detalhes da região elástica e do escoamento.

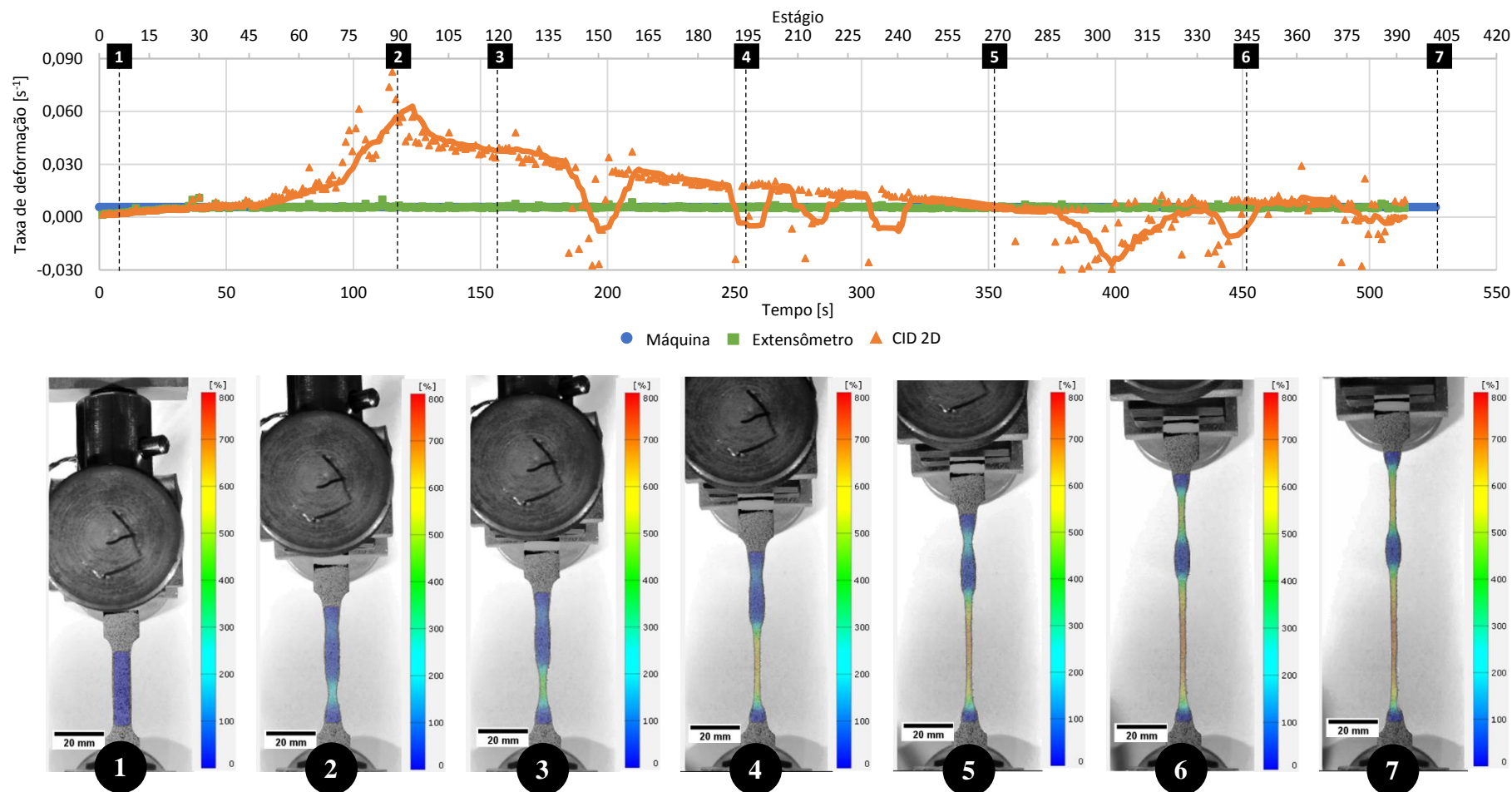


Figura 5.24. Comportamento macroscópico apresentado por corpos de prova de PEAD que formaram duplo pescoço e as taxas de deformação correspondentes a diferentes estágios do ensaio obtidas por meio da máquina de ensaio, extensômetro simulado e CID 2D.

5.4. Modelagem do comportamento mecânico

5.4.1. Modelo multiplicativo

As Figuras 5.25, 5.26 e 5.27 ilustram o ajuste alcançado pelo uso do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas na predição da resposta mecânica do PVC, PP e PEAD, respectivamente. A Tabela 5.8 resume os parâmetros ótimos encontrados após a minimização da função objetivo. Embora não se tenham variado as condições de temperatura e taxa de deformação, a forma completa do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas foi empregada.

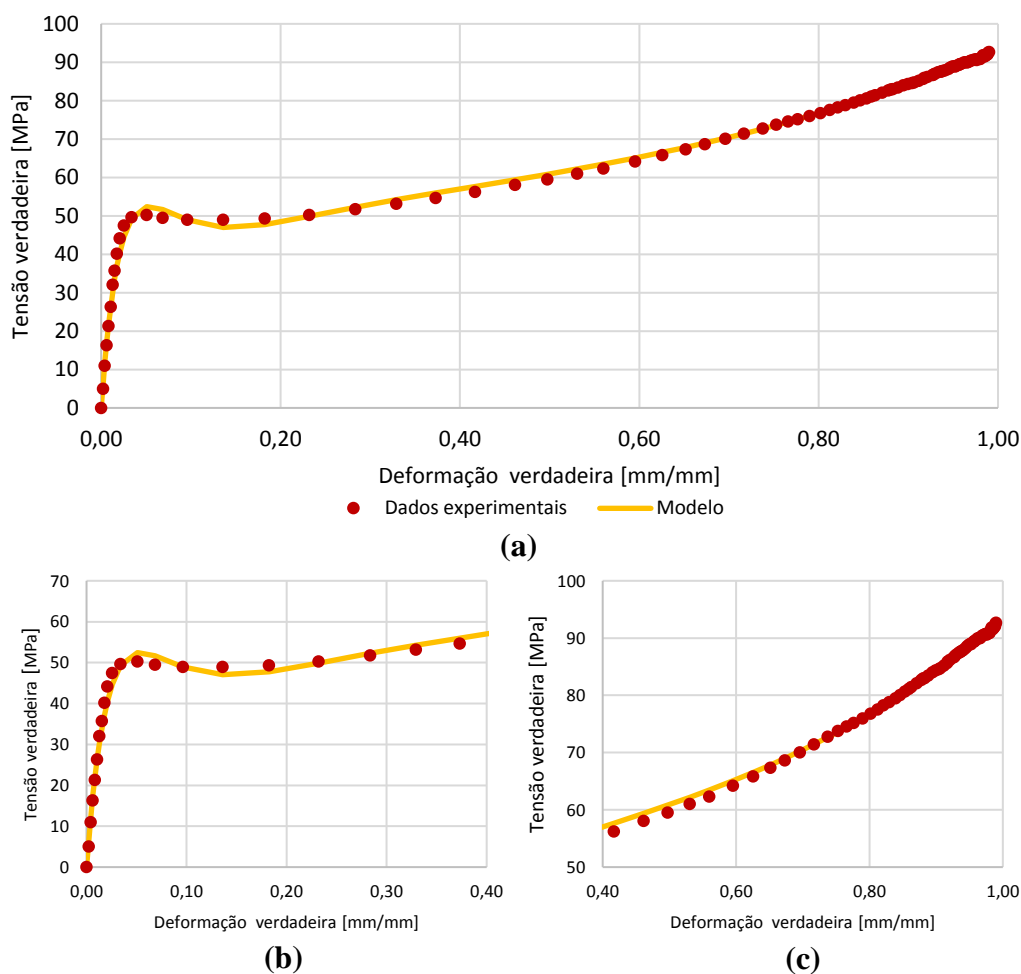


Figura 5.25. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Apesar da abordagem matemática multiplicativa ser considerada a mais simples e o modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas ser puramente fenomenológico, ou seja, validado empiricamente para condições exatas de carregamento, temperatura e taxa de deformação, cobrindo assim teoricamente um espaço limitado

e particular de aplicação, este demonstrou imensa capacidade de predição da curva tensão-deformação verdadeira para todos os tipos de materiais testados (PVC, PP e PEAD). O ajuste exibido pelo modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas foi alto ($R^2 \cong 1$) (Tabela 5.8), conseguindo descrever com quase perfeição os diversos estágios da resposta mecânica: (i) região elástica inicial, (ii) transição viscoelástica, (iii) pico do escoamento, (iv) estiramento e (v) encruamento.

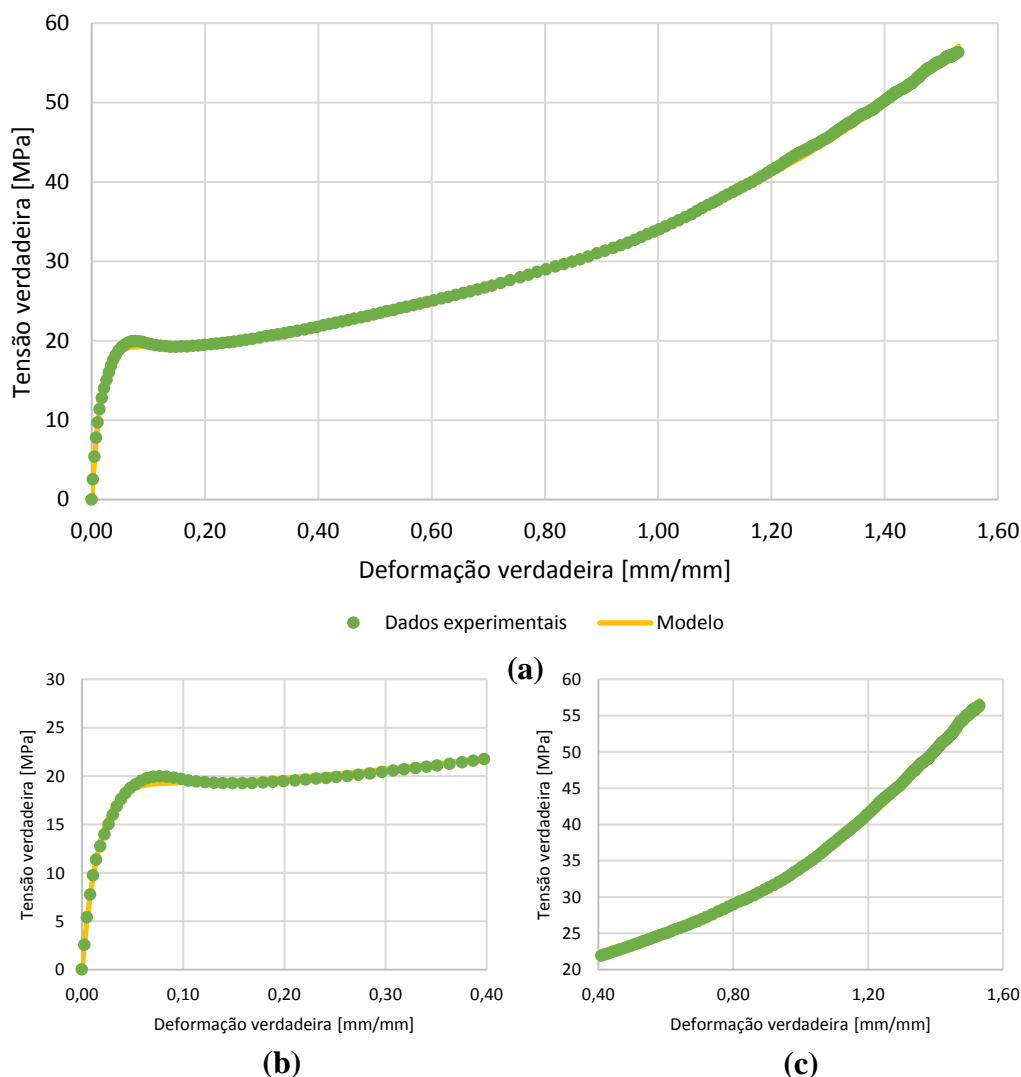


Figura 5.26. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

O modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas é composto por sete parâmetros divididos em cinco grandes termos, sendo cada um responsável pela descrição de certo atributo peculiar da curva tensão-deformação.

O K_p é um fator de escala, muitas vezes também chamado de consistência, sendo responsável pela descrição da dependência do comportamento do polímero

em relação a temperatura. Matematicamente, a variação de K_p provoca um deslocamento vertical de toda a curva, sendo esta deslocada para cima com o aumento do K_p e deslocada para baixo com a sua diminuição. Um K_p alto geralmente caracteriza materiais no estado vítreo e que possuem baixa sensibilidade a temperatura, como o PVC (Tabela 5.8). Por outro lado, K_p baixo reflete o comportamento de polímeros borrachosos, que exibem larga sensibilidade a temperatura, como o PEAD e o PP (Tabela 5.8).

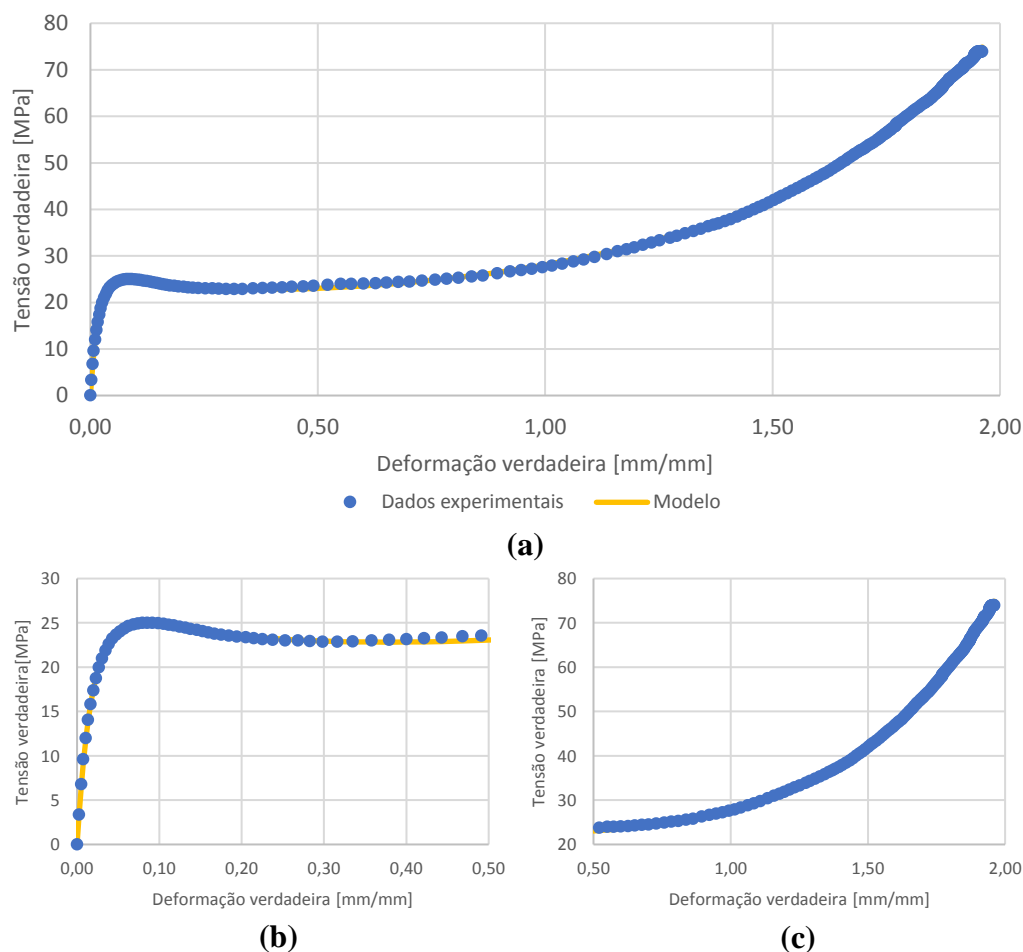


Figura 5.27. (a) Ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

O w é conhecido como coeficiente viscoelástico e é empregado para a descrição da resposta viscoelástica inicial exibida pelos polímeros. Um w alto indica uma alta compliância viscoelástica, afastando-se o material de uma resposta inicial elástica e linear, enquanto um baixo w remete a uma alta rigidez, aproximando-se o material de um comportamento inicial Hookeano. Geralmente polímeros borrachosos exibem um alto w devido à predominância da resposta

viscosa, enquanto que polímeros vítreos apresentam baixo w , característico da preponderância da resposta elástica. O comportamento de w descrito pode ser verificado nos materiais testados, exibindo o PVC menor valor de w comparando-se ao PP e ao PEAD.

Tabela 5.8. Parâmetros e ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.

Parâmetros	PVC	PP	PEAD
K_p [MPa]	52,18	19,28	21,84
w	10,06	33,30	54,05
c	5,14	0,95	0,27
b	24,14	28,67	5,49
h	0,58	0,61	0,27
n	1,83	1,44	2,28
m	0,01	0,02	0,01
R^2	0,9984	0,9994	0,9998

Seguindo a resposta mecânica, após a deformação viscoelástica inicial tem-se o escoamento. No modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas, os parâmetros c e b representam os coeficientes de escoamento. Um valor combinado de c e b alto associa-se a presença de um pico no escoamento, enquanto que valores de c e b baixos indicam uma transição gradual no escoamento. Comparando-se os materiais testados (Tabela 5.8), o PVC foi o que demonstrou maiores valores para a combinação de c e b , sendo seguido pelo PP e o PEAD. Geralmente os polímeros vítreos exibem uma queda de tensão após o escoamento, mesmo na curva tensão-deformação verdadeira, como pode ser notado para o PVC (Figura 5.25).

Os parâmetros h e n agrupam-se para descrever o comportamento no encruamento. Geralmente, os polímeros estão associados a um coeficiente de encruamento (n) próximo a 2, como pode ser visto para todos os materiais testados. Embora o PP e PEAD não tenham alcançado o encruamento, esses exibiram valores de n e h superiores ao PVC. A resposta mecânica refletida nos corpos de prova de PEAD e PP em altas deformações foi de crescimento exponencial (Figura 5.26 e 5.27), refletindo em maiores valores de coeficiente de encruamento.

Todos os polímeros apresentaram um baixo coeficiente de sensibilidade a taxa de deformação (m). Como se usou apenas uma única taxa de deformação para todos os ensaios, fica difícil, entretanto, avaliar a dependência dos materiais com a taxa de deformação.

5.4.2. Modelos aditivos

As Figuras 5.28, 5.29 e 5.30 ilustram o ajuste alcançado pelo uso do modelo aditivo de G'Sell-Jonas na predição da resposta mecânica, enquanto que as Figuras 5.31, 5.32 e 5.33 exibem o ajuste alcançado pelo modelo aditivo θ na predição da curva tensão-deformação para o PVC, PP e PEAD, respectivamente. As Tabelas 5.9 e 5.10 resumem os parâmetros ótimos encontrados para os modelos aditivos implementados.

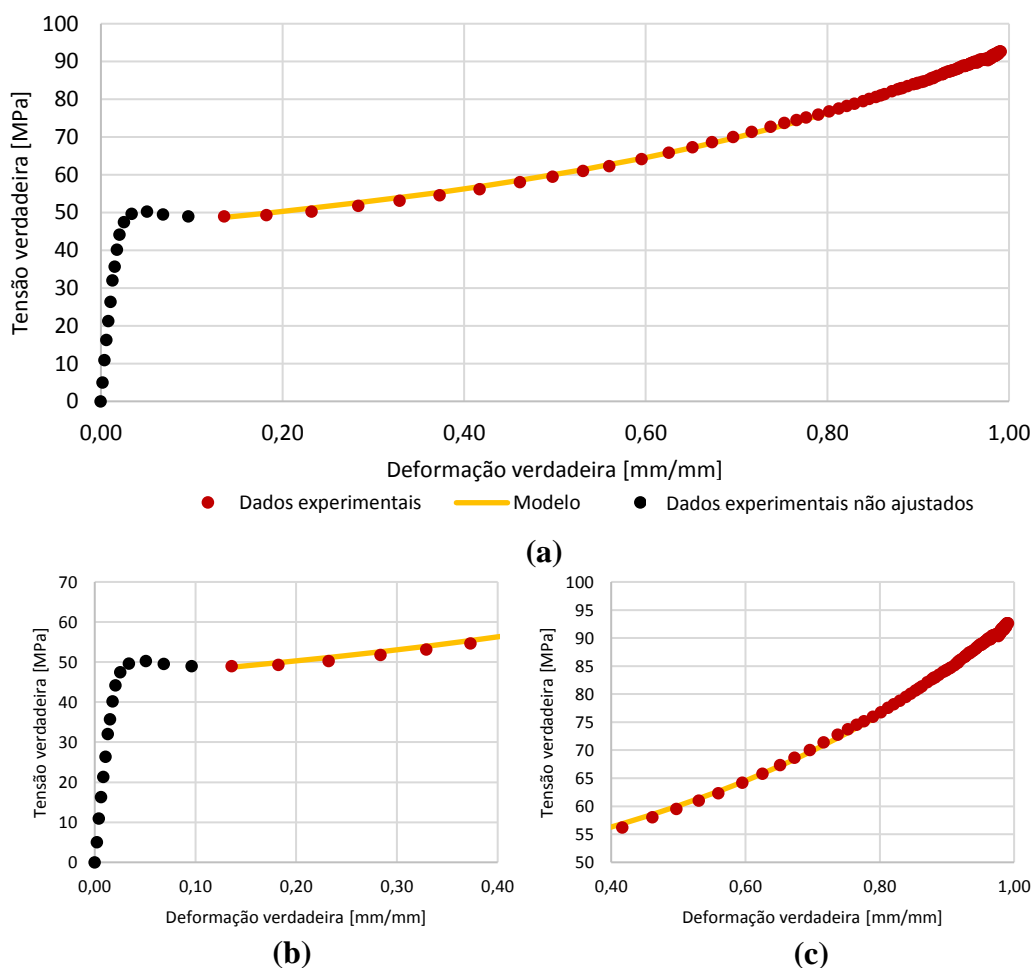


Figura 5.28. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Embora na literatura destaque-se o potencial dos modelos aditivos em descrever toda a resposta mecânica dos polímeros (Lemaitre, 2001), desde a deformação inicial elástica até a ruptura, os modelos aditivos de G'Sell-Jonas e θ foram incapazes de descrever o comportamento total exibido pela curva tensão-deformação verdadeira. Entretanto, o modelo aditivo θ apresentou um bom ajuste na descrição dos dados experimentais após a região elástica (Figuras 5.31, 5.32 e 5.33) e o modelo aditivo de G'Sell-Jonas foi capaz de descrever a resposta plástica desenvolvida após o escoamento (Figuras 5.28, 5.29 e 5.30).

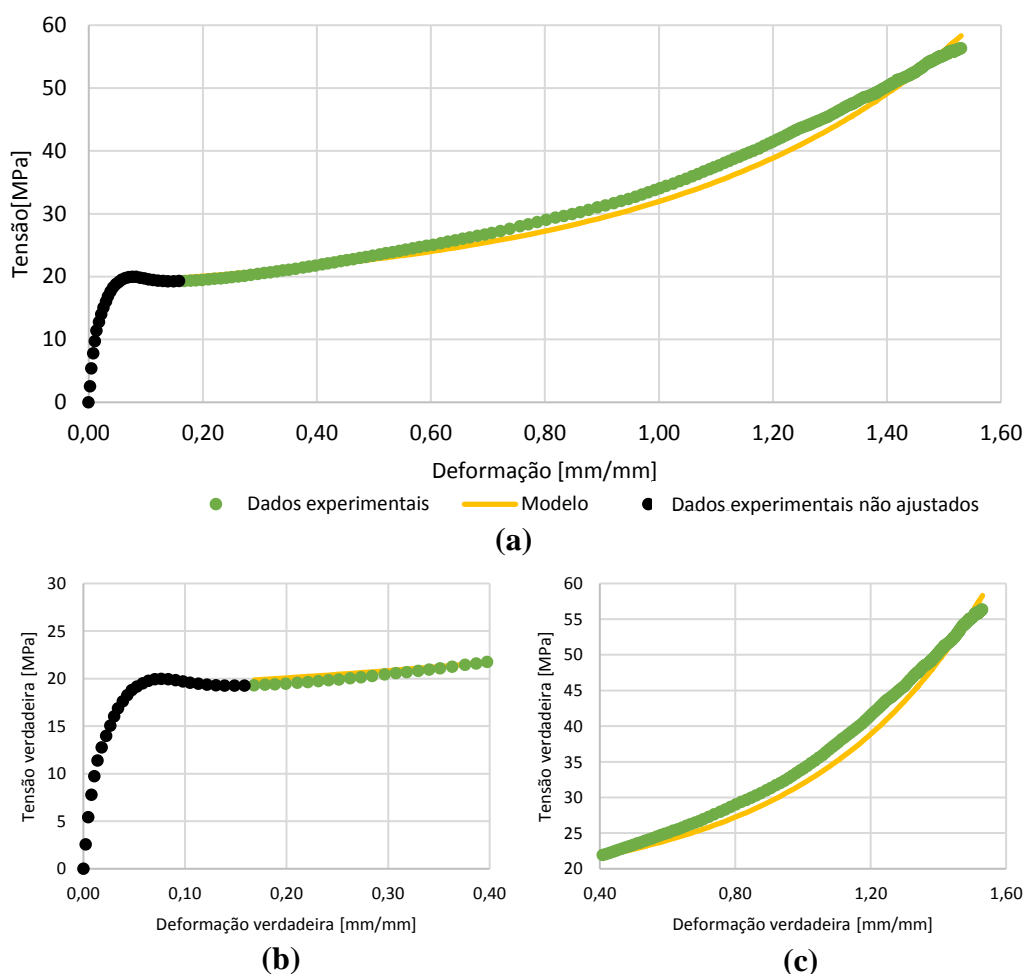


Figura 5.29. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Embora tenha tido um pouco de dificuldade para descrever o comportamento durante o estiramento apresentado pelo PP (Figura 5.29), o modelo aditivo de G'Sell-Jonas foi capaz de descrever com quase perfeição a resposta mecânica exibida pelo PVC e o PEAD (Figura 5.28 e 5.30). Mesmo com dificuldade na descrição da resposta mecânica do PP, o ajuste obtido ainda foi bom (Tabela 5.9).

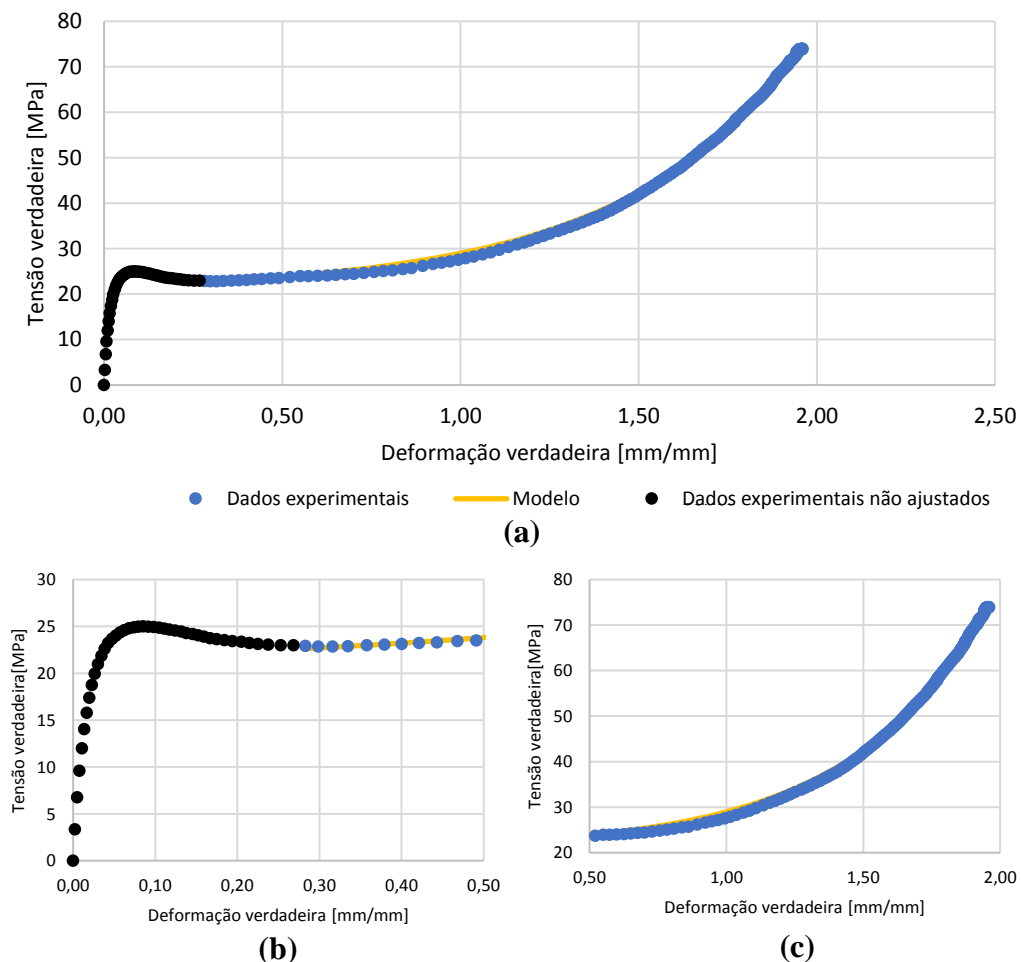


Figura 5.30. (a) Ajuste do modelo aditivo de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Tabela 5. 9. Parâmetros e ajuste do modelo aditivo de G'Sell Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.

Parâmetros	PVC	PP	PEAD
K [MPa]	6,79	1,87	1,05
v_a [m ³]	8,71E-22	6,09E-21	5,32E-21
$\dot{\epsilon}_o(T)$ [s ⁻¹]	9,71E-06	1,12E-13	1,07E-13
R^2	0,9991	0,9869	0,9991

Assim como o K_p no modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas, o K também é usado como fator de escala no modelo aditivo de G'Sell-Jonas e descreve a sensibilidade a temperatura dos polímeros. Do mesmo modo que no modelo multiplicativo, o PVC, dentre os polímeros ensaiados, foi aquele que exibiu maior

K (Tabela 5.9). Além do K no modelo aditivo de G'Sell-Jonas, o termo $\dot{\epsilon}_o(T)$ também é empregado para descrever a dependência do material em relação a temperatura. A definição de $\dot{\epsilon}_o(T)$ é um pouco mais profunda do que a de K , sendo associada à energia de ativação e à dependência microestrutural. O termo $\dot{\epsilon}_o(T)$ apresentou comportamento semelhante ao K , sendo notoriamente maior para o PVC (Tabela 5.9).

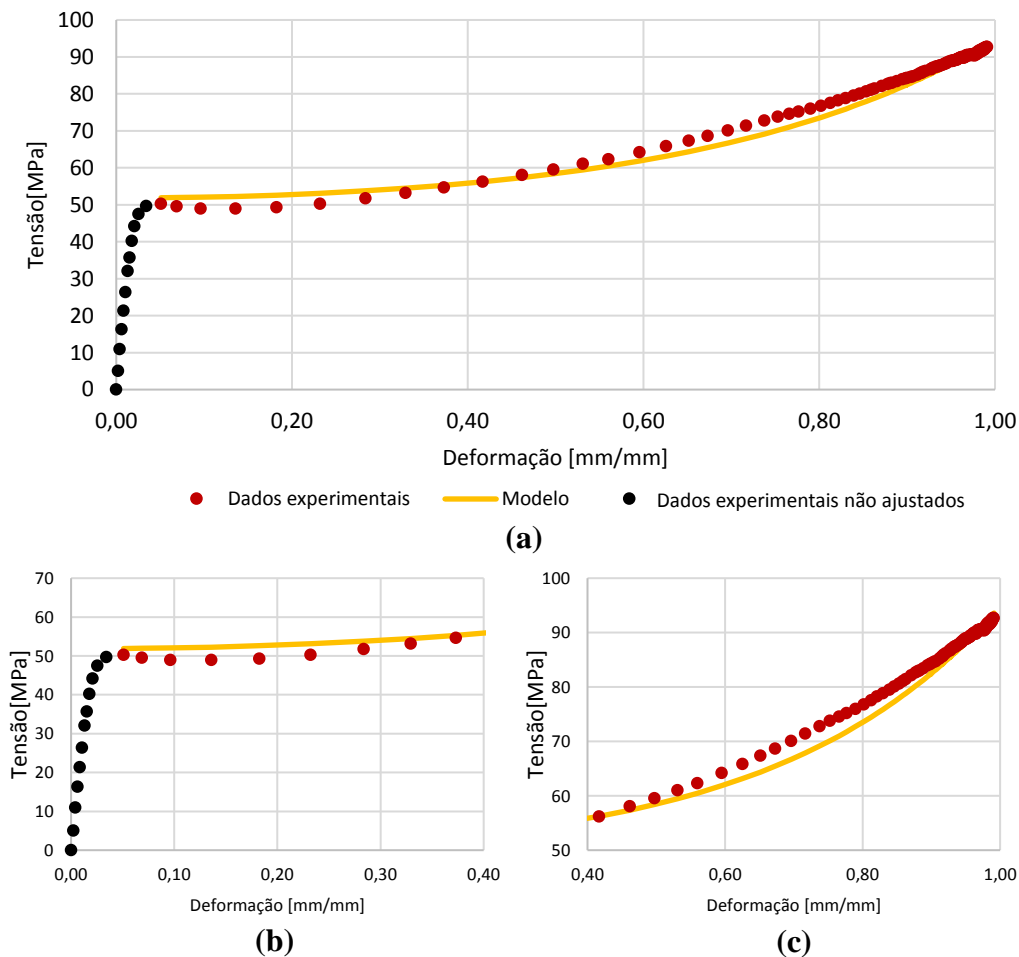


Figura 5.31. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

O volume de ativação (v_a) é associado às características moleculares, destacando a sensibilidade de cada polímero em relação à taxa de deformação. Volumes de ativação maiores indicam uma maior dependência do polímero em relação à taxa de deformação. Os valores obtidos de v_a foram diminutos, apresentando o PEAD o maior valor (Tabela 5.9).

Em comparação ao modelo aditivo de G'Sell-Jonas, o ajuste exibido pelo modelo aditivo θ foi menos satisfatório. Além da dificuldade em descrever a resposta mecânica em altas deformações no PP (Figura 5.32), o modelo aditivo θ também demonstrou limitações para a descrição da curva tensão-deformação verdadeira do PVC logo após o escoamento e para altas deformações (Figura 5.31). O ajuste obtido para o PEAD foi alto, descrevendo toda sua resposta mecânica com quase perfeição ($R^2 \cong 0,99$) (Tabela 5.10).

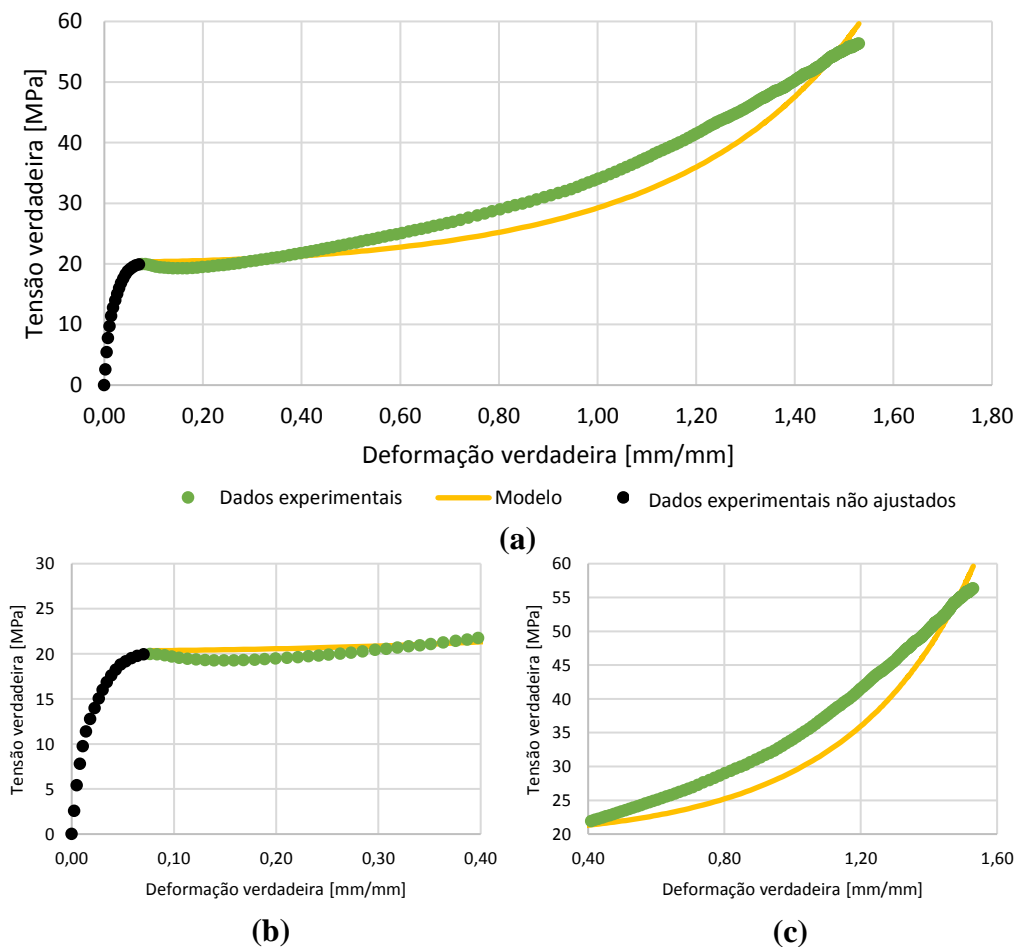


Figura 5.32. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

O modelo aditivo θ é definido considerando-se uma tensão elástica fixa, que pode ser definida de acordo com a lei de Hooke. A Tabela 5.10 apresenta as tensões empregadas na modelagem de cada polímero. Devido à alta rigidez exibida pelos corpos de prova de PVC, uma tensão elástica consideravelmente maior foi usada para esses.

Como no modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas, o modelo aditivo θ possui um termo somente para a descrição da resposta viscoelástica do polímero. Ao contrário do modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas, o termo viscoelástico, compreendido pelos parâmetros K_s , w e θ , apresentou baixa significância para a descrição da resposta mecânica no modelo aditivo θ . O K_s tendeu a zero em todos os polímeros (Tabela 5.10). A insignificância do termo viscoelástico pode estar associada a redução do intervalo de predição do modelo. Como já dito, diante da incapacidade do modelo aditivo θ em descrever a resposta mecânica completa do material, limitou-se o seu ajuste aos dados experimentais obtidos após a região elástica e próximo ao escoamento.

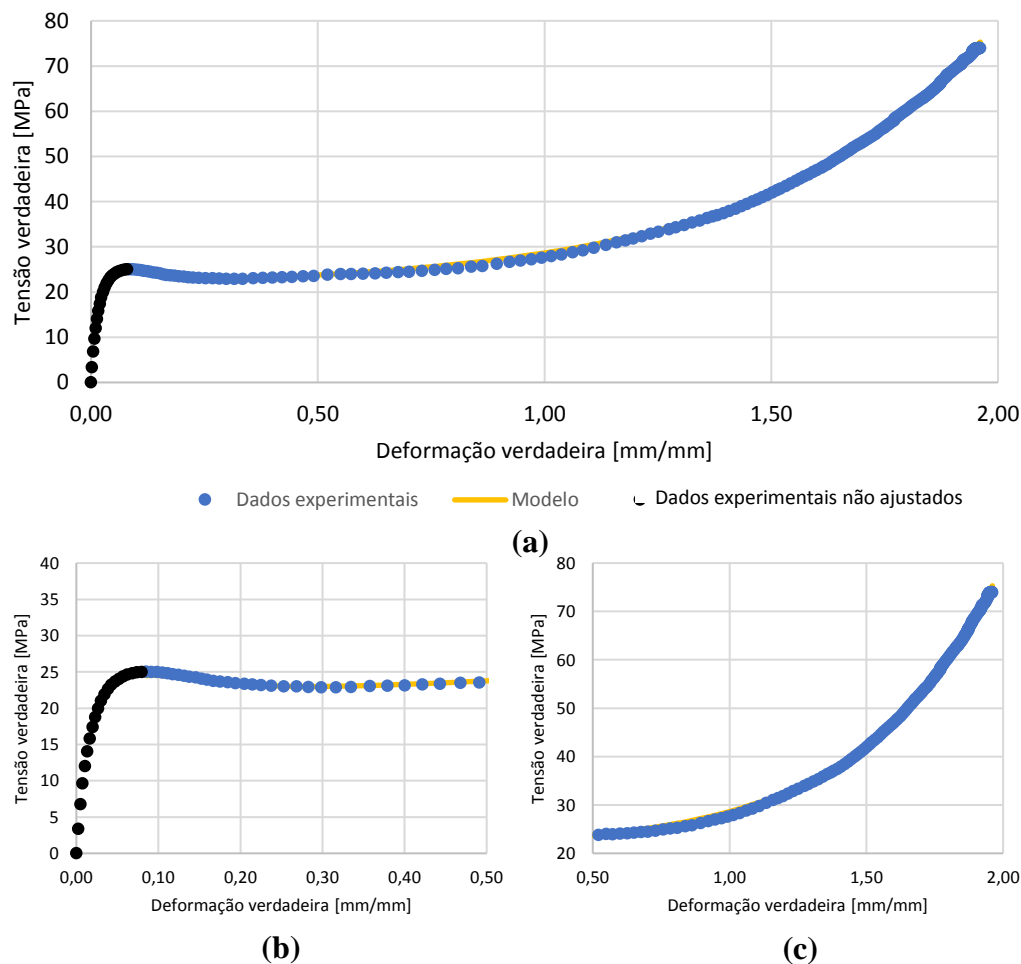


Figura 5.33. (a) Ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Como em todos os modelos já discutidos, o modelo aditivo θ também possui um fator de escala e de sensibilidade à temperatura K_p . O comportamento

encontrado para o K_p foi o mesmo destacado nos modelos anteriores, exibindo o PVC o maior valor entre os polímeros ensaiados.

Ao contrário do modelo multiplicativo de G'Sell Jonas, o termo h associado ao encruamento apresentou maior valor para os corpos de prova de PVC. O coeficiente de encruamento n no modelo aditivo θ é fixado em 2, sendo h o único parâmetro associado ao encruamento.

PVC e PP exibiram maiores sensibilidades a taxa de deformação (m). Apesar dos valores significativos alcançados, qualquer tipo de inferência sobre os efeitos da taxa de deformação sobre os diferentes tipos de materiais é limitada, devido ao uso de uma única taxa de deformação em todos os ensaios.

Tabela 5.10. Parâmetros e ajuste do modelo aditivo θ para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.

Parâmetros	PVC	PP	PEAD
σ_{el} [MPa]	32,05	12,76	11,99
K_s [MPa]	0,00	0,00	0,33
θ	7,45	35,00	139,99
w	295,09	350,00	63,16
K_p [MPa]	32,34	11,54	10,23
h	1,16	0,78	0,48
m	0,27	0,24	0,01
R^2	0,9585	0,9482	0,9992

5.4.3. Modelos diferenciais

As Figuras 5.34, 5.35 e 5.36 ilustram o resultado da simulação do modelo diferencial Vest-Amoelo-Lee para a descrição da resposta dos polímeros e as Figuras 5.37, 5.38 e 5.39 apresentam o resultado da simulação do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a predição da curva tensão-deformação nos diferentes polímeros ensaiados (PVC, PP e PEAD). As Tabelas 5.11 e 5.12 resumem os parâmetros encontrados no melhor ajuste. É importante lembrar que, para os modelos multiplicativo e aditivos, a ferramenta *Solver* do *Excel* foi usada para a solução do problema de minimização da função objetivo e assim estimou-se os parâmetros. Entretanto para os modelos diferenciais, devido à sua complexidade,

os parâmetros não foram estimados. Esses foram variados de modo exaustivo até que o modelo fosse capaz de fornecer uma resposta bem próxima a experimental. Este estudo de simulação dos modelos diferenciais permitiu avaliar o potencial dos mesmos em descrever as respostas mecânicas medidas no presente trabalho.

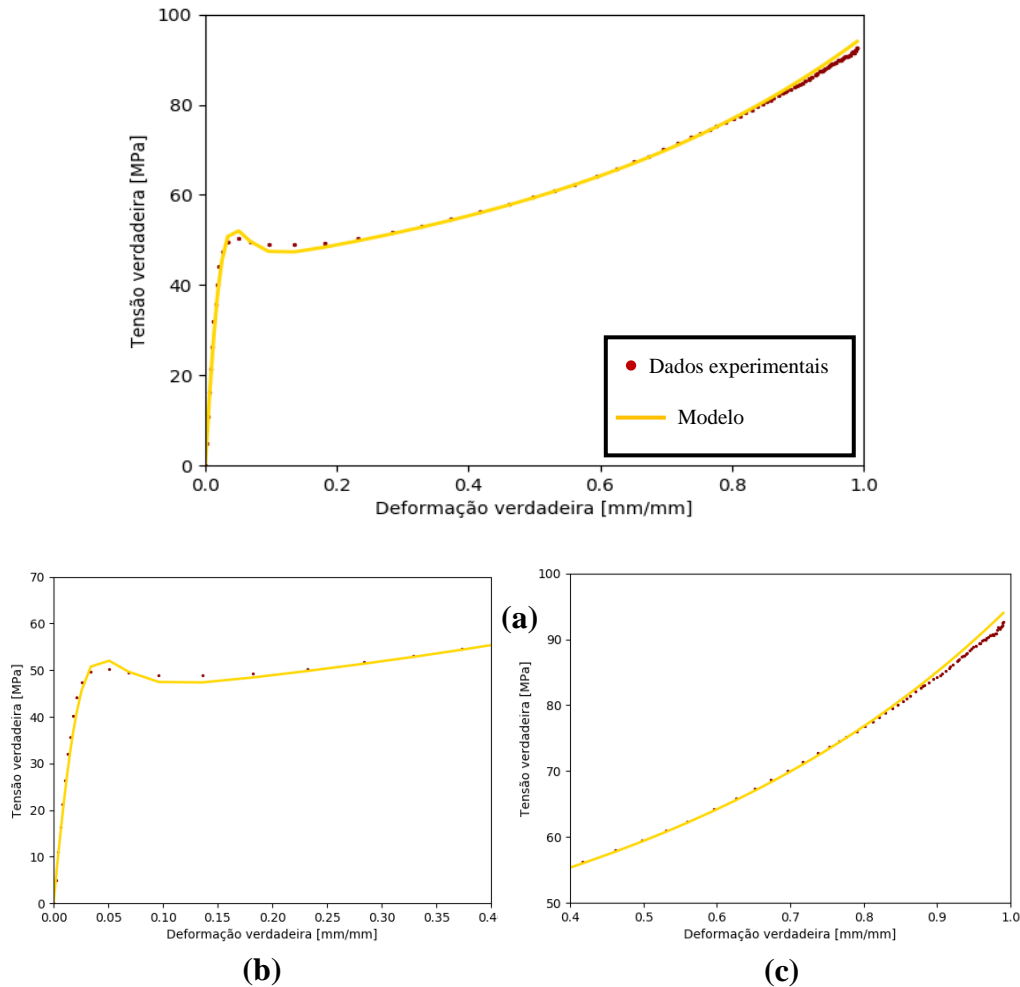


Figura 5.34. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Mesmo sem realizar a estimação formal dos parâmetros, o ajuste gráfico final obtido com os modelos diferenciais foi muito bom. O modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee apresentou maior facilidade em descrever a resposta mecânica apresentada por toda a curva tensão-deformação, tendo alguns problemas em altas deformações para o PP (Figura 5.35) e em baixas para o PEAD (Figura 5.36). Enquanto que o modelo diferencial de G'Sell-Jonas apresentou constante dificuldade na representação da região próxima ao escoamento em todos os

polímeros (Figuras 5.37, 5.38 e 5.39). Problemas no ajuste em altas deformações também puderam ser verificados para o PP (Figura 5.38).

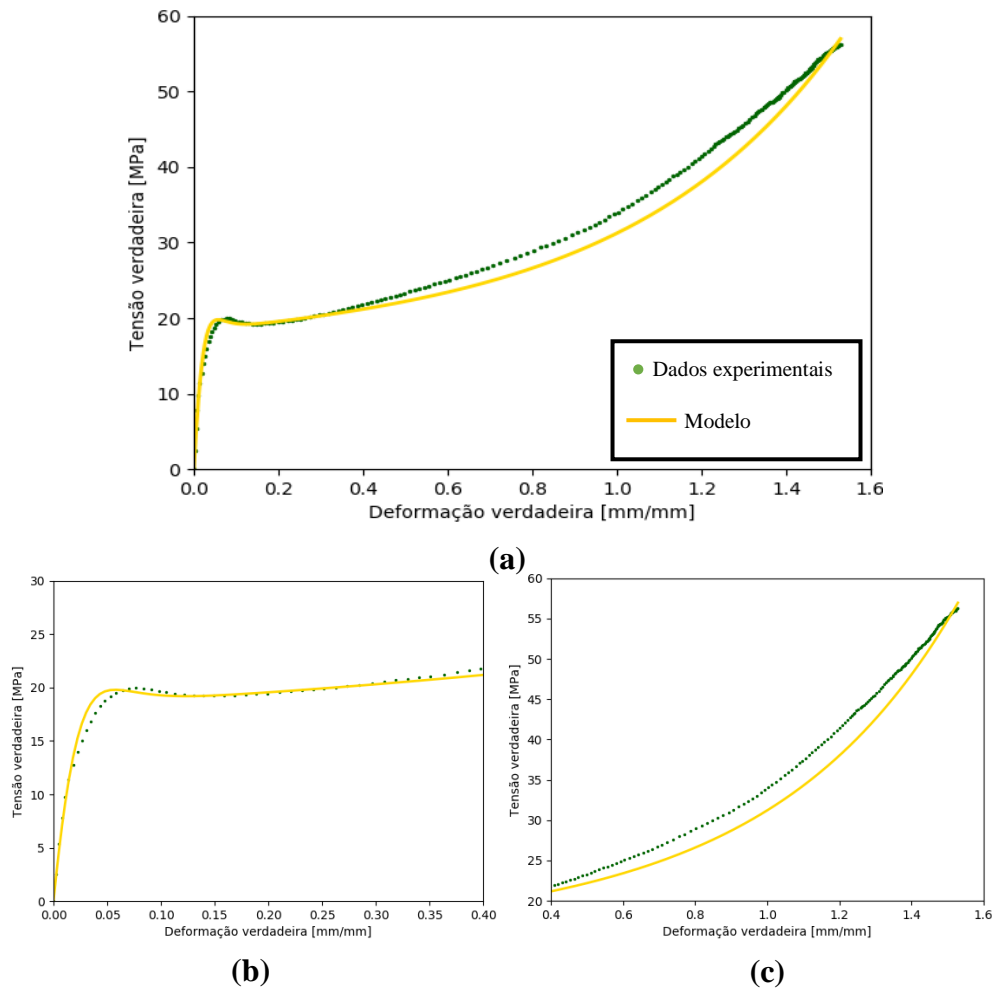


Figura 5.35. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

A incapacidade dos modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee em representar a resposta mecânica fielmente em altas deformações e do modelo diferencial de G'Sell-Jonas em se ajustar aos dados próximos ao escoamento pode ser associada às suas formulações e aos parâmetros que contemplam.

As Figuras 5.40 e 5.41 apresentam um desenho esquemático ilustrando as diferentes regiões cobertas para cada parâmetro, isto é, variando-se determinado parâmetro em qual região a curva tensão-deformação irá mudar. Das figuras, pode-se verificar que o modelo de Vest-Amoedo-Lee possui dois parâmetros (φ_0 e c_1) para a representação da resposta mecânica próximo ao escoamento, o que faz com que não tenha muita dificuldade de ajuste nessa região. Em contrapartida, o modelo

diferencial de G'Sell Jonas não possui nenhum parâmetro único de caracterização do escoamento, ficando por conta da combinação da relação W/k e dos parâmetros efetivos (σ_e^* e ε_e^*) para a sua descrição.

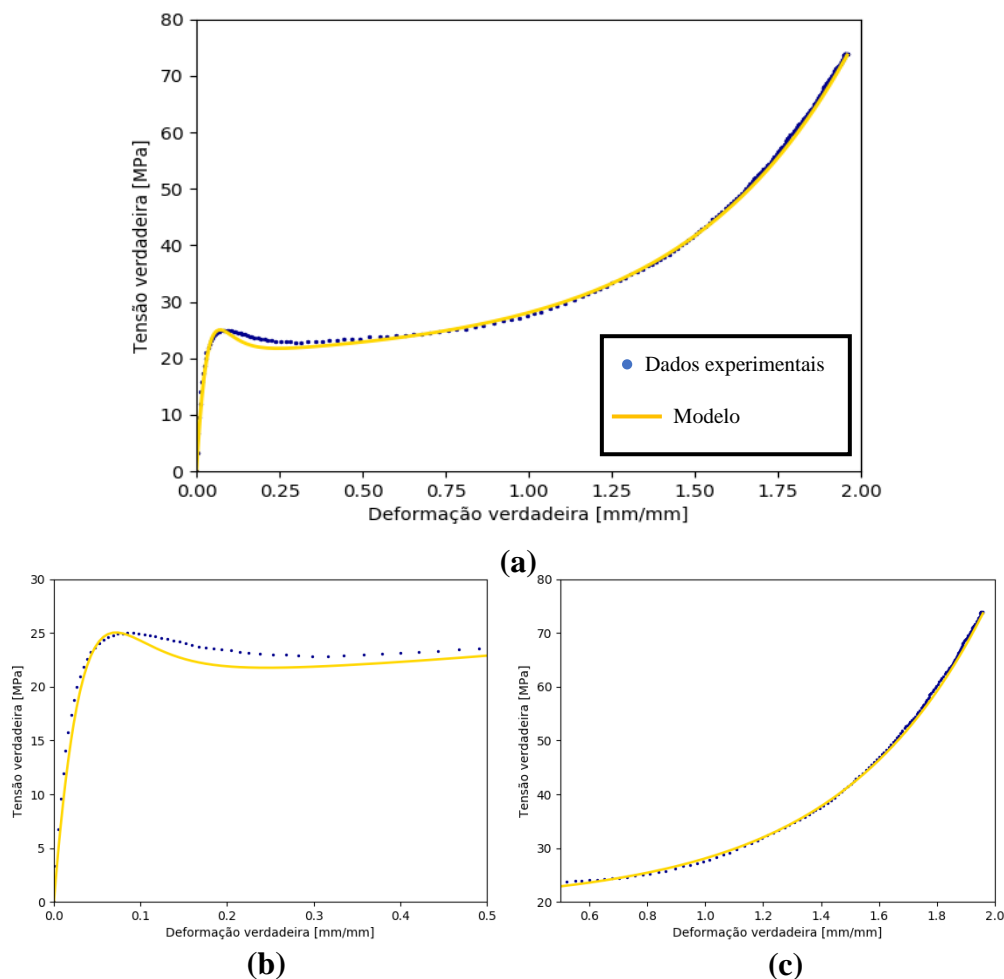


Figura 5.36. (a) Ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Tabela 5.11. Parâmetros e ajuste do modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.

Parâmetros	PVC	PP	PEAD
E [MPa]	2500,00	1000,00	1000,00
K	28,00	90,00	80,00
V/k [Pa ⁻¹ K]	0,16	0,12	0,12
φ_0	0,24	0,50	0,55
c_1	68,00	50,00	20,00
K_1 [MPa]	7,50	1,90	1,10

Vale salientar que os parâmetros W/k , σ_e^* e ε_e^* caracterizam também outras regiões, tornando o ajuste dispendioso e sem o alcance da resposta mecânica dada pelos dados experimentais. O mesmo ocorre inversamente para altas deformações. Enquanto o modelo de G'Sell-Jonas conta com dois parâmetros para descrever o aumento exponencial da tensão após o estiramento (K_1 e K_2), o modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee conta apenas com parâmetros generalistas (K e V/k) que descrevem todo o comportamento após o escoamento, sem diferenciar o estiramento do encruamento.

Uma vez que os dados foram manualmente ajustados, fica difícil fazer comparações precisas sobre suas variações e assim efetuar inferências sobre o comportamento dos polímeros. Para isso, um procedimento de estimação de parâmetros precisa antes ser implementado e depois um estudo estatístico sobre as repostas do modelo e sobre os parâmetros estimados pode ser empregado.

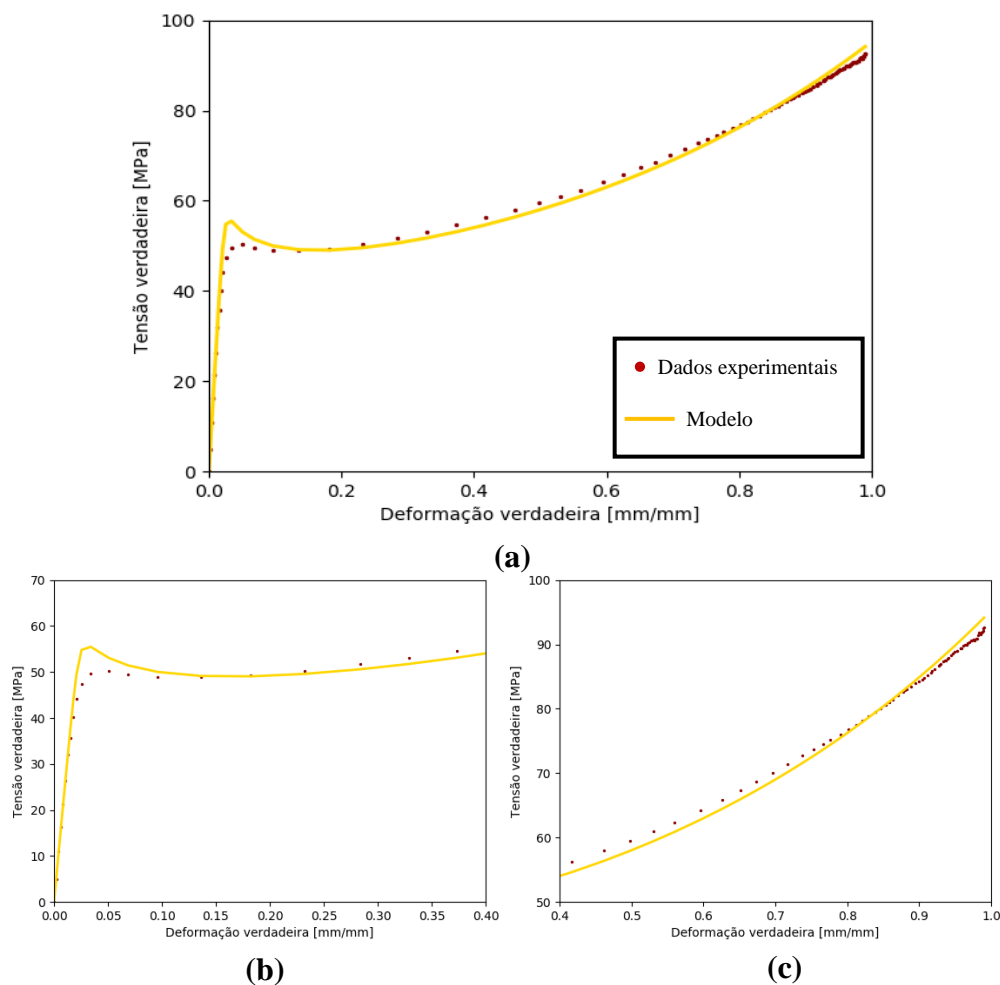


Figura 5.37. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

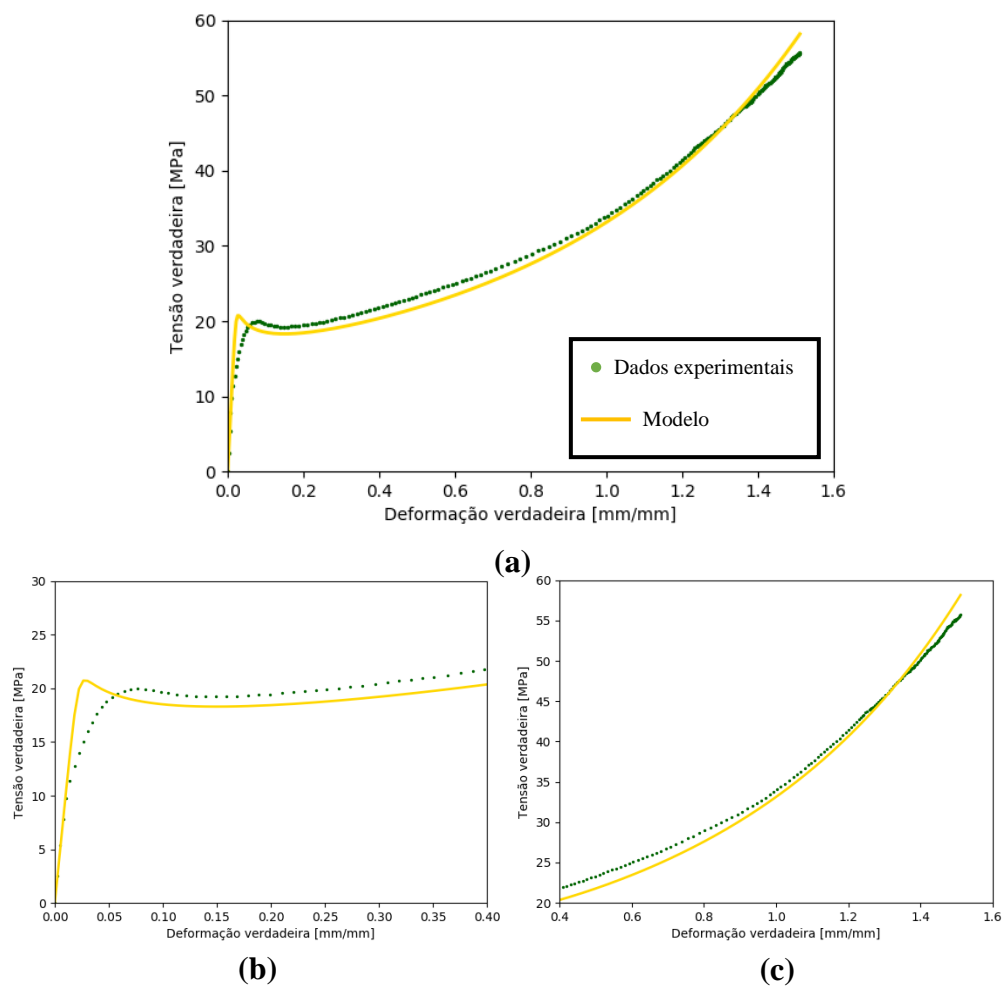


Figura 5.38. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PP. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

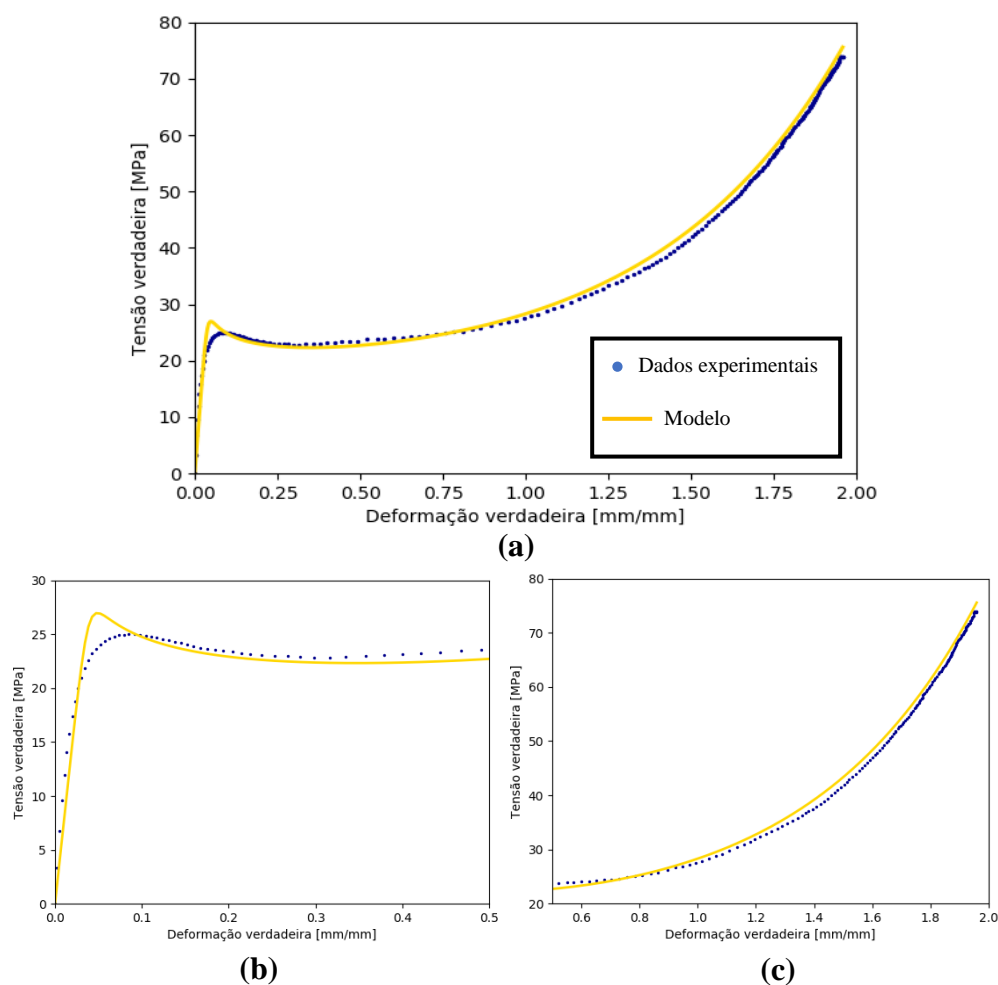


Figura 5.39. (a) Ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PEAD. Detalhes do ajuste (b) na região elástica e no escoamento, e (c) no estiramento e encruamento.

Tabela 5.12. Parâmetros e ajuste do modelo diferencial de G'Sell-Jonas para a resposta mecânica apresentada pelo PVC, PP e PEAD.

Parâmetros	PVC	PP	PEAD
E [MPa]	2500,00	1000,00	750,00
ε_e^* [mm/mm]	0,20	0,15	0,23
σ_e^* [MPa]	30,00	23,00	22,50
W/k	38,00	100,00	90,00
K_1 [MPa]	6,00	1,10	0,80
K_2 [MPa]	10,30	6,20	6,00

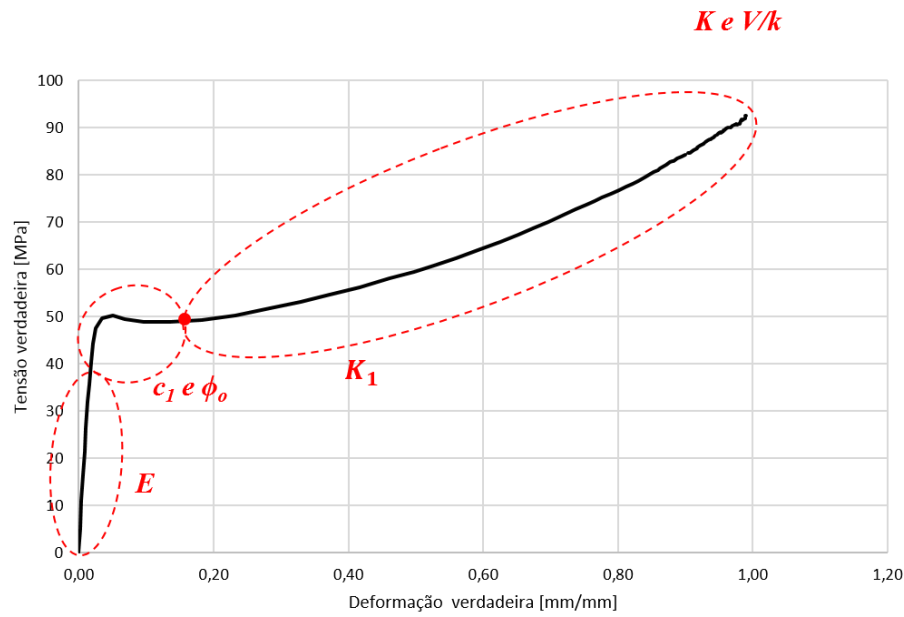


Figura 5.40. Análise de sensibilidade dos diversos parâmetros que compõem o modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee sobre a resposta mecânica.

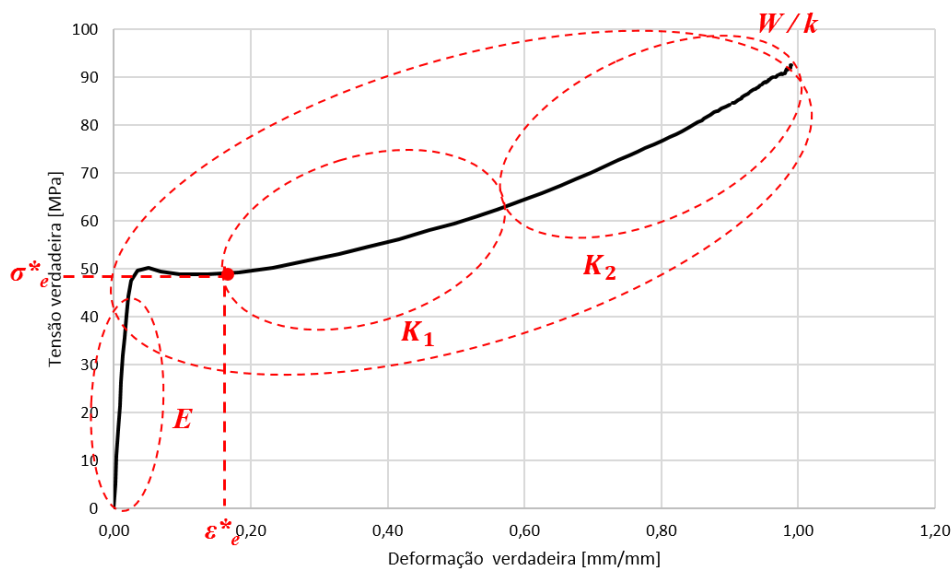


Figura 5.41. Análise de sensibilidade dos diversos parâmetros que compõem o modelo diferencial de G'Sell-Jonas sobre a resposta mecânica.

6 Conclusão

Mesmo com o baixo controle das propriedades do padrão granulado devido ao uso do método de aplicação por spray, o padrão granulado resultante sobre a superfície dos diversos corpos de prova apresentou características próximas a textura ideal: isotropia, aleatoriedade e alto contraste. Morfologicamente a qualidade de cada padrão granulado obtido foi caracterizada em termos dos atributos: (i) área, (ii) tamanho, (iii) circularidade, (iv) razão de aspecto e (v) ângulo *Feret*, sendo o histograma da distribuição dos níveis de cinza usado para a avaliação do contraste. Todos os corpos de prova apresentaram um tamanho médio de ponto próximo a 3 pixels. Uma boa densidade e distribuição de pontos por toda a superfície do corpo de prova pôde ser alcançada. Apesar dos pontos terem se distanciados de uma circularidade perfeita, exibindo formas complexas e irregularidade nos contornos, a identificação e correspondência do padrão foi pouco afetada e uma aleatoriedade na orientação final ainda foi alcançada. A presença de qualquer efeito de *aliasing* sobre a imagem final capturada foi considerado diminuto. Apesar dos pontos que compuseram os padrões terem apresentando grande diferença de atributos entre si (heterogeneidade local), comparando-se as propriedades dos padrões como um todo, qualidade similar foi obtida (homogeneidade global).

As incertezas da técnica CID foram estimadas mediante a comparação de imagens estacionárias e de translação de corpo rígido. O ruído de fundo distribuiu-se homogeneamente ao longo de toda a seção útil, enquanto que os erros associados a translação do corpo rígido apresentaram pequeno gradiente de deformação, exibindo maiores valores na parte superior da região de interesse decorrentes dos efeitos de distorção inerentes ao sistema de aquisição de imagens. Apesar da similaridade do padrão granulado, a escolha do tamanho de *subset* e de passo foi limitada em alguns corpos de prova. A maior estricção e deformação experimentada pelos corpos de prova de PP e PEAD e o branqueamento desses ao longo do ensaio, não permitiram o uso de tamanhos de *subset* e de passo pequenos para a correlação. A média do ruído de fundo não demonstrou nenhuma relação com o tamanho de

subset e passo usado. Entretanto o desvio padrão demonstrou constante decréscimo com o aumento dos parâmetros de correlação. Tanto o aumento do tamanho do *subset* quanto do passo resultam em uma suavização local dos resultados, diminuindo-se assim o desvio padrão do ruído. Porém perdendo-se resolução espacial. Os erros obtidos com a translação do corpo rígido foram uma ordem de grandeza superiores ao ruído de fundo, entretanto a relatividade de sua contribuição na determinação do campo de deformação foi pequeno. Os erros obtidos para o arranjo experimental desenvolvido e padrão granulado resultante ficaram abaixo dos limites aceitáveis estipulados pela norma ASTM D638 e aproximaram-se da precisão comumente associada aos extensômetros.

No geral, os materiais estudados apresentaram um comportamento típico de um polímero semicristalino, perpassando pelas etapas de (i) deformação elástica, (ii) escoamento, (iii) estiramento e (iv) encruamento. Para baixas deformações os polímeros deformaram-se homogeneamente. Entretanto com a continuidade do alongamento, devido a estricção, um pescoço foi formado, aumentando localmente a deformação e levando a uma heterogeneidade do campo de deformação ao longo da seção útil. Com a propagação do pescoço ao longo de todo o comprimento útil, os corpos de prova voltaram a se deformar uniformemente, seguindo os efeitos do encruamento.

Apesar do baixo custo do arranjo experimental desenvolvido, a CID 2D demonstrou ser capaz de avaliar o comportamento mecânico exibido pelos polímeros em altas deformações. Comparando-se com um extensômetro simulado, todos os fenômenos associados ao comportamento macroscópico dos corpos de prova puderam ser quantificados, resultando em uma resposta mecânica que refletiu o comportamento intrínseco dos polímeros ensaiados. Os polímeros exibiram uma resposta mecânica marcadamente diferente. Na temperatura de ensaio ($T = 23^{\circ}\text{C}$), os corpos de prova de PVC apresentaram comportamento de um polímero vítreo, enquanto os de PP e PEAD exibiram resposta mecânica semelhante a um polímero borrachoso. Se por um lado os corpos de prova de PVC apresentaram uma alta rigidez e baixa ductilidade, os corpos de prova de PP e PEAD exibiram baixa rigidez e alta ductilidade. Nem todos os corpos de prova ensaiados apresentaram comportamento mecânico semelhante. Alguns corpos de prova de PVC falharam repentinamente, antes mesmo da chegada ao encruamento, e alguns corpos de prova de PEAD exibiram a formação de um duplo pescoço. A falha precoce do PVC foi

associada a provável heterogeneidade das suas propriedades devido ao baixo controle do processo de fabricação e no processamento, sendo significativos os efeitos do peso molecular e da adição de plastificantes. A formação do duplo pescoço em alguns corpos de prova de PEAD foi relacionada a presença de defeitos.

De acordo com as suas particularidades, todos os modelos constitutivos avaliados demonstraram um bom ajuste em relação aos dados experimentais e grande potencial para descrever o comportamento mecânico apresentado pelo PVC, PP e PEAD. Apesar de sua abordagem matemática simples, o modelo multiplicativo de G'Sell-Jonas foi capaz de descrever com precisão os diversos estágios da resposta mecânica. O bom ajuste do modelo multiplicativo de G'Sell a toda curva tensão-deformação verdadeira foi associado a presença em sua formulação de termos particulares para descrever cada fenômeno desenvolvido ao longo do ensaio: (i) deformação elástica inicial, (ii) transição viscoelástica, (iii) pico no escoamento, (iv) estiramento e (v) encruamento.

Embora, os modelos aditivos de G'Sell-Jonas e θ não tenham conseguido descrever a evolução da resposta mecânica, desde pequenas deformações até a ruptura do corpo de prova ou final do ensaio, o modelo aditivo θ apresentou um bom ajuste na descrição da curva-tensão deformação após a região elástica e o modelo aditivo de G'Sell-Jonas foi capaz de refletir a resposta plástica desenvolvida após o escoamento.

Mesmo com a obtenção dos parâmetros por meio de um procedimento de busca exaustivo, o potencial dos modelos diferenciais de Vest-Amoedo-Lee e de G'Sell-Jonas em descrever a resposta mecânica em todos os materiais ensaiados (PVC, PP e PEAD) pôde ser confirmado. Devido as singulares formulações matemáticas e consideração de diferentes parâmetros, o modelo diferencial de Vest-Amoedo-Lee apresentou maior facilidade na descrição do comportamento mecânico próximo ao escoamento, enquanto que o modelo diferencial de G'Sell-Jonas exibiu melhores ajustes a resposta mecânica em altas deformações.

Um procedimento de estimação para os modelos diferenciais precisa ser executado seguido de uma etapa de discriminação de modelos entre os diferenciais e o multiplicativo de G'Sell-Jonas a fim de avaliar qual dos modelos candidatos é capaz de melhor representar o comportamento mecânico dos polímeros PVC, PP e PEAD.

A maioria dos parâmetros dos modelos constitutivos refletiram o comportamento vítreo exibido pelo PVC e visco-elástico apresentado pelo PP e PEAD.

7 Sugestões para trabalhos futuros

É importante destacar que o presente trabalho representou um desenvolvimento inicial do uso da técnica CID no laboratório de caracterização de polímeros e compósitos da PUC-Rio. Sendo assim diversas melhorias ainda podem ser implementadas, podendo-se destacar:

- 1) A criação de um procedimento que permita uma comunicação direta entre câmera e máquina de ensaio. No presente trabalho a sincronia entre dados de carregamento e imagens capturadas foi realizada manualmente, sendo dispendioso o trabalho de correspondência, além de poder resultar em erros posteriores na associação do campo de deformação à tensão.
- 2) Uso de um processo de aplicação de padrão que permita um maior controle sobre as propriedades finais do padrão granulado. Sabe-se que a precisão da técnica CID está significativamente associada as propriedades do padrão e assim tem-se a necessidade de sua otimização. Apesar da aplicação por spray resultar globalmente em padrões com semelhante qualidade, esta não permite um controle fino dos atributos do padrão granulado. Assim, os efeitos de cada propriedade do padrão sobre a precisão do campo de deformação final não podem ser discernidos, tornando inviável qualquer tipo de análise de otimização. Dentre os procedimentos de aplicação de padrão, o uso do aerógrafo se destaca por um maior controle dos atributos do padrão.
- 3) Avaliação do comportamento dos polímeros em diferentes temperaturas e taxas de deformação. Além da deformação, a resposta mecânica exibida pelos polímeros é dependente da taxa de deformação e temperatura aplicadas. Especialmente no desenvolvimento de modelos, estudar os efeitos desses outros dois fatores sobre o comportamento mecânico dos polímeros é essencial. O arranjo experimental desenvolvido ainda é incapaz de avaliar os efeitos da temperatura e da taxa de deformação. Para estudar os efeitos da temperatura deve-se empregar um equipamento que seja capaz de aumentar localmente a temperatura do corpo de prova, permitindo ainda

a captura das imagens. E para estudar os efeitos da taxa de deformação deve-se desenvolver um procedimento que torne possível o controle local da taxa de deformação ao longo de todo o ensaio. Embora o uso da técnica CID permita definir a tensão e deformação em termos locais, permitindo descrever o comportamento intrínseco do material, independente da não homogeneidade do escoamento, este método ainda possui uma limitação remanescente que está associada ao método de imposição da taxa de deformação experimental. Em um ensaio de tração convencional, a velocidade de ensaio permanece constante, levando à imposição de uma taxa de deformação nominal constante durante todo o ensaio. No entanto, a localização do escoamento (estricção) durante o contínuo alongamento do corpo de prova, leva inevitavelmente certos elementos específicos a uma taxa de deformação local mais alta, enquanto o restante do corpo de prova é sujeito a uma taxa de deformação muito menor. Assim, a curva tensão-deformação obtida descreve o comportamento do polímero em uma ampla faixa de deformações locais (alta enquanto a estrição está ocorrendo nos elementos selecionados e baixa enquanto o pescoço está sendo propagado para fora da região selecionada). Tal curva gera limitações óbvias com relação ao estudo dos efeitos da taxa de deformação e à determinação das relações constitutivas do material.

- 4) Avaliação mais detalhada dos modelos constitutivos. Embora tenha-se conseguido identificar as potencialidades dos modelos multiplicativos, aditivos e diferenciais em descrever o comportamento mecânico apresentado pelos polímeros ensaiados, uma interpretação estatística da qualidade dos parâmetros obtidos (grau de significância, intervalo de confiança e correlação) e da predição do modelo ficou faltando, principalmente nos modelos diferenciais. Como métodos de otimização para modelos não lineares pode-se destacar os métodos heurísticos. Dentre os métodos heurísticos o método do Enxame de Partículas destaca-se por sua robustez, fácil implementação e possibilidade de profunda análise dos resultados.

8 Referências bibliográficas

AMOEDO, J.; LEE, D. Modeling the uniaxial rate and temperature dependent behavior of amorphous and semicrystalline polymers. **Polymer Engineering and Science**, v. 32, n. 16, p. 1055–1065, 1992.

ANDREWS, J. M.; WARD, I. M. The cold-drawing of high density polyethylene. **Journal of Materials Science**, v. 5, n. 5, p. 411–417, 1970.

BARD, Y. **Nonlinear Parameter Estimation**. Nova York: Academic Press, 1974.

BARRANGER, Y. et al. **Digital Image Correlation accuracy: influence of kind of speckle and recording setup**. 14th International Conference on Experimental Mechanics, 2010

BARTCZAK, Z. Influence of molecular parameters on high-strain deformation of polyethylene in the plane-strain compression. Part II. Strain recovery. **Polymer**, v. 46, n. 23, p. 10339–10354, 2005.

BARTCZAK, Z. Deformation of semicrystalline polymers – the contribution of crystalline and amorphous phases. **Polimery**, v. 62, n. 11/12, p. 787–799, 2017.

BARTCZAK, Z.; GALESKI, A. Plasticity of semicrystalline polymers. **Macromolecular Symposia**, v. 294, n. 1, p. 67–90, 2010.

BAUWENS-CROWET, C.; OTS, J.-M.; BAUWENS, J.-C. The strain-rate and temperature dependence of yield of polycarbonate in tension, tensile creep and impact tests. **Journal of Materials Science**, v. 9, n. 7, p. 1197–1201, 1974.

BERGSTROM, J. **Mechanics of Solid Polymers: Theory and Computational Modeling**. London: Elsevier Ltd, 2015.

BICERANO, J. **Prediction of polymer properties**. New York: Marcel Dekker, 2002.

BIRON, M. (ED.). **Thermoplastics and Thermoplastic Composites**. London: Elsevier, 2013.

BISILLIAT, M. L.; BILLION, N. **Rheology of a solid Polycarbonate at High Strain Rate: Experimental Study and Numerical Simulation**. Progress and Trends in Rheology V, Portoroz: Springer, 1998.

BLABER, J.; ADAIR, B.; ANTONIOU, A. Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software. **Experimental Mechanics**, v. 55, n. 6, p. 1105–1122, 2015.

BOMARITO, G. F. et al. Increasing accuracy and precision of digital image correlation through pattern optimization. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 91, p. 73–85, 2017.

BORNERT, M. et al. Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors: Methodology and Results. **Experimental Mechanics**, v. 49, n. 3, p. 353–370, 2009.

BOSSUYT, S. **Optimized patterns for digital image correlation**. Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics, 2013

BOWDEN, P. B. A criterion for inhomogeneous plastic deformation. **The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics**, v. 22, n. 177, p. 455–462, 1970.

BOWDEN, P. B.; YOUNG, R. J. Deformation mechanisms in crystalline polymers. **Journal of Materials Science**, v. 9, n. 12, p. 2034–2051, 1974.

BRANDÃO, A. L. T. **Discriminação de Modelos Cinéticos de Ramificação usando Dados de Distribuição de Massa Molar em Sistemas de Polimerização**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CANEVAROLO JR., S. V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. São Paulo: Artliber Editora, 2010.

CHU, T. C. et al. Applications of Digital Image-Correlation Techniques to Experimental Mechanics. **Experimental Mechanics**, v. 25, n. 3, p. 232–244, 1985.

CLOCKSIN, W. F. et al. **Image Processing Issues in Digital Strain Mapping**. Applications of Digital Imaging Processing XXV, 2002.

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

CRAMMOND, G.; BOYD, S. W.; DULIEU-BARTON, J. M. Speckle pattern quality assessment for digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 51, n. 12, p. 1368–1378, 2013.

DUDESCU, C. et al. Measurement of thermoplastics tensile properties using digital image correlation. **Key Engineering Materials**, v. 601, p. 33–36, 2014.

- DUDESCU, M. C. **Optical Methods in Experimental Mechanics of Solids**. Tese de Habilitação, Technical University of Cluj-Napoca, 2015.
- DUFFO, P. et al. Rheology of polypropylene in the solid state. **Journal of Materials Science**, v. 30, n. 3, p. 701–711, 1995.
- FABBRI, R. et al. 2D Euclidean distance transform algorithms. **ACM Computing Surveys**, v. 40, n. 1, p. 1–44, 2008.
- FANG, Q.-Z. et al. Rate-dependent large deformation behavior of PC/ABS. **Polymer**, v. 50, n. 1, p. 296–304, 2009.
- FLORY, P. J.; YOON, D. Y. Molecular morphology in semicrystalline polymers. **Nature**, v. 272, n. 5650, p. 226–229, 1978.
- FOTHERINGHAM, D. G.; CHERRY, B. W. The role of recovery forces in the deformation of linear polyethylene. **Journal of Materials Science**, v. 13, n. 5, p. 951–964, 1978a.
- FOTHERINGHAM, D. G.; CHERRY, B. W. Strain rate effects on the ratio of recoverable to non-recoverable strain in linear polyethylene. **Journal of Materials Science**, v. 13, n. 2, p. 231–238, 1978b.
- G'SELL, C. Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides. **Revue de Physique Appliquée**, v. 23, n. 6, p. 1085–1101, 1988.
- G'SELL, C. et al. Influence of deformation defects on the development of strain gradients during the tensile deformation of polyethylene. **Polymer**, v. 33, n. 6, p. 1244–1254, 1992.
- G'SELL, C.; ALY-HELAL, N. A.; JONAS, J. J. Effect of stress triaxiality on neck propagation during the tensile stretching of solid polymers. **Journal of Materials Science**, v. 18, n. 6, p. 1731–1742, 1983.
- G'SELL, C.; DAHOUN, A. Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic deformation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 175, n. 1–2, p. 183–199, 1994.
- G'SELL, C.; JONAS, J. J. Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate. **Journal of Materials Science**, v. 14, n. 3, p. 583–591, 1979.
- G'SELL, C.; JONAS, J. J. Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers. **Journal of Materials Science**, v. 16, n. 7, p. 1956–1974, 1981.
- GALESKI, A. et al. Morphological Alterations during Texture-Producing Plastic Plane Strain Compression of High-Density Polyethylene. **Macromolecules**, v. 25,

n. 21, p. 5705–5718, 1992.

GAO, Z. et al. Experimental analysis of image noise and interpolation bias in digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 81, p. 46–53, 2016.

GAUCHER-MIRI, V.; ELKOUN, S.; SÉGUÉLA, R. On the plastic behavior of homogeneous ethylene copolymers compared with heterogeneous copolymers. **Polymer Engineering and Science**, v. 37, n. 10, p. 1672–1683, 1997.

GAUCHER-MIRI, V.; SÉGUÉLA, R. Tensile yield of polyethylene and related copolymers: Mechanical and structural evidences of two thermally activated processes. **Macromolecules**, v. 30, n. 4, p. 1158–1167, 1997.

GENT, A. N.; MADAN, S. Plastic yielding of partially crystalline polymers. **Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics**, v. 27, n. 7, p. 1529–1542, 1989.

GONZÁLES, G. L. G. **Aplicação da Técnica SIFT para Determinação de Campos de Deformações de Materiais usando Visão Computacional**. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2010.

GRÉDIAC, M.; HILD, F.; PINEAU, A. (EDS.). **Full-Field Measurements and Identification in Solid Mechanics**. Surrey: John Wiley & Sons, 2012.

GRYTEN, F. et al. Use of digital image correlation to measure large-strain tensile properties of ductile thermoplastics. **Polymer Testing**, v. 28, n. 6, p. 653–660, 2009.

HARILAL, R.; RAMJI, M. **Adaptation of Open Source 2D DIC Software Ncorr for Solid Mechanics Applications**. 9th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics, 2014

HASSAN, G. M. et al. Digital Image Correlation with Dynamic Subset Selection. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 84, p. 1–9, 2016.

HAUDIN, J. M. et al. Numerical simulation of polymer forging: How to determine the rheological coefficients. **International Polymer Processing**, v. 10, p. 179–185, 1995.

HAWARD, R. N.; THACKRAY, G. The use of a mathematical model to describe isothermal stress-strain curves in glassy thermoplastics. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 302, n. 1471, p. 453–472, 1968.

HILD, F.; ROUX, S. Digital Image Correlation: From Displacement Measurement To Identification of Elastic Properties - a Review. **Strain**, v. 42, n. 2, p. 69–80,

2006.

HIMMLBLAU, D. M. **Applied Nonlinear Programming**. Nova York: McGraw-Hill, 1972.

HISS, R. et al. Network Stretching, Slip Processes, and Fragmentation of Crystallites during Uniaxial Drawing of Polyethylene and Related Copolymers. A Comparative Study. **Macromolecules**, v. 32, n. 13, p. 4390–4403, 1999.

HOSEMANN, R.; LOBODA-ČAČKOVIĆ, J.; ČAČKOVIĆ, H. J. Affine deformation of linear polyethylene during stretching and affine transformation to the original shape in the liquid state. **Journal of Materials Science**, v. 7, n. 8, p. 963–964, 1972.

HUA, T. et al. Evaluation of the quality of a speckle pattern in the digital image correlation method by mean subset fluctuation. **Optics and Laser Technology**, v. 43, n. 1, p. 9–13, 2011.

HUCHZERMEYER, R. L. **Measuring mechanical properties using digital image correlation: Extracting tensile and fracture properties from a single sample**. Dissertação de Mestrado, Stellenbosch University, 2017.

HUNG, P.-C.; VOLOSHIN, A. S. In-plane strain measurement by Digital Image Correlation. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 25, n. 3, p. 215–221, 2003.

JERABEK, M.; MAJOR, Z.; LANG, R. W. Strain determination of polymeric materials using digital image correlation. **Polymer Testing**, v. 29, n. 3, p. 407–416, 2010.

JONES, E. M. C.; IADICOLA, M. A. (EDS.). **A Good Practices Guide for Digital Image Correlation**. International Digital Image Correlation Society, 2018.

KARDOS, J. L.; RAISONI, J. The Potential Mechanical Response of Macromolecular Systems - A Composite Analogy. **Polymer Engineering and Science**, v. 15, n. 3, p. 183–190, 1975.

KARIAN, H. G. **Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites**. New York: Marcel Dekker, 2003.

KHOO, S.-W.; KARUPPANAN, S.; TAN, C.-S. A review of surface deformation and strain measurement using two-dimensional digital image correlation. **Metrology and Measurement Systems**, v. 23, n. 3, p. 461–480, 2016.

KIDD, T. H.; ZHUANG, S.; RAVICHANDRAN, G. In situ mechanical characterization during deformation of PVC polymeric foams using ultrasonics and

- digital image correlation. **Mechanics of Materials**, v. 55, p. 82–88, 2012.
- LAGATTU, F.; BRILLAUD, J.; LAFARIE-FRENOT, M. C. High strain gradient measurements by using digital image correlation technique. **Materials Characterization**, v. 53, n. 1, p. 17–28, 2004.
- LECOMPTE, D. et al. Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 44, n. 11, p. 1132–1145, 2006.
- LEMAITRE, J. (ED.). **Handbook of Materials Behavior Models**. New York: Elsevier Ltd, 2001.
- LI, J. C. Physical Chemistry of Some Microstructural Phenomena. **Mettallurgical Transactions A**, v. 9, n. 10, p. 1353–1380, 1978.
- LIN, L.; ARGON, A. S. Structure and plastic deformation of polyethylene. **Journal of Materials Science**, v. 29, n. 2, p. 294–323, 1994.
- MARQUEZ-LUCERO, A.; G'SELL, C.; NEALE, K. W. Experimental investigation of neck propagation in polymers. **Polymer**, v. 30, n. 4, p. 636–642, 1989a.
- MARQUEZ-LUCERO, A.; G'SELL, C.; NEALE, K. W. Experimental investigation of neck propagation in polymers. **Polymer**, v. 30, n. 4, p. 636–642, 1989b.
- OLABISI, O.; ADEWALE, K. (EDS.). **Handbook of thermoplastics**. Second Edition. Florida: Taylor & Francis Group, LLC, 2016.
- OLEINIK, E. F.; RUDNEV, S. N.; SALAMATINA, O. B. Evolution in concepts concerning the mechanism of plasticity in solid polymers after the 1950s. **Polymer Science Series A**, v. 49, n. 12, p. 1302–1327, 2007.
- OLIVEIRA, G. N. **Utilização de técnicas ópticas não destrutivas na determinação de parâmetros mecânicos**. Tese de Doutorado, Universidade Federal Fluminense, 2013.
- OTSU, N. A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. **IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics**, v. 9, n. 1, p. 62–66, 1979.
- OTTOSEN, N. S.; RISTINMAA, M. **The Mechanics of Constitutive Modeling**. London: Elsevier, 2005.
- PAN, B. et al. Study on subset size selection in digital image correlation for speckle patterns. **Optics Express**, v. 16, n. 10, p. 7037–7048, 2008.
- PAN, B. et al. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. **Measurement Science and Technology**, v. 20,

n. 6, p. 1–17, 2009.

PAN, B. Recent Progress in Digital Image Correlation. **Experimental Mechanics**, v. 51, n. 7, p. 1223–1235, 2011.

PAN, B. et al. Systematic errors in two-dimensional digital image correlation due to lens distortion. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 51, n. 2, p. 140–147, 2013a.

PAN, B.; LI, K. A fast digital image correlation method for deformation measurement. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 49, n. 7, p. 841–847, 2011.

PAN, B.; LU, Z.; XIE, H. Mean intensity gradient: An effective global parameter for quality assessment of the speckle patterns used in digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 48, n. 4, p. 469–477, 2010.

PAN, B.; YU, L.; WU, D. High-Accuracy 2D Digital Image Correlation Measurements with Bilateral Telecentric Lenses: Error Analysis and Experimental Verification. **Experimental Mechanics**, v. 53, n. 9, p. 1719–1733, 2013b.

PARK, J. et al. Assessment of speckle-pattern quality in digital image correlation based on gray intensity and speckle morphology. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 91, p. 62–72, 2017.

PARKS, D. Polycrystalline plastic deformation and texture evolution for crystals lacking five independent slip systems. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 38, n. 5, p. 701–724, 1990.

PAWLAK, A.; GALESKI, A.; ROZANSKI, A. Cavitation during deformation of semicrystalline polymers. **Progress in Polymer Science**, v. 39, n. 5, p. 921–958, 2014.

PEACOCK, A. J. **Handbook of polyethylene: Structures, Properties, and Applications**. New York: Marcel Dekler Inc., 2000.

PETERLIN, A. Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene. **Journal of Materials Science**, v. 6, n. 6, p. 490–508, 1971.

PETERLIN, A. Plastic deformation of crystalline polymers. **Polymer Engineering and Science**, v. 17, n. 3, p. 183–193, 1977.

PETERS, W. H.; RANSON, W. F. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. **Optical Engineering**, v. 21, n. 3, p. 427–431, 1982.

PETRACONE, V.; SANCHEZ, I. C.; STEIN, R. C. The Orientation of Amorphous Chains in Spherulites. **Journal of Polymer Science**, v. 13, p. 1991–2029, 1991.

PINK, E. The thermally-activated yield behaviour of glassy polyvinyl chloride in tension and compression: A conventional analysis. **Materials Science and Engineering**, v. 24, n. 2, p. 275–282, 1976.

POPLI, R.; MANDELKERN, L. Influence of structural and morphological factors on the mechanical properties of the polyethylenes. **Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics**, v. 25, n. 3, p. 441–483, 1987.

RAJAN, V. P.; ROSSOL, M. N.; ZOK, F. W. Optimization of Digital Image Correlation for High-Resolution Strain Mapping of Ceramic Composites. **Experimental Mechanics**, v. 52, n. 9, p. 1407–1421, 2012.

REU, P. Hidden components of 3D-DIC: Triangulation and post-processing - Part 3. **Experimental Techniques**, v. 36, n. 4, p. 3–5, 2012a.

REU, P. Hidden components of DIC: Calibration and shape function - Part 1. **Experimental Techniques**, v. 36, n. 2, p. 3–5, 2012b.

REU, P. Hidden components of 3D-DIC: Interpolation and matching - Part 2. **Experimental Techniques**, v. 36, n. 3, p. 3–4, 2012c.

REU, P. Stereo-rig Design : Lighting — Part 5. **Experimental Techniques**, v. 37, p. 1–2, 2013a.

REU, P. Stereo-rig design: Lens selection - Part 3. **Experimental Techniques**, v. 37, n. 1, p. 1–3, 2013b.

REU, P. Calibration : Pre-Calibration Routines. **Experimental Techniques**, v. 37, p. 1–2, 2013c.

REU, P. All about speckles: Aliasing. **Experimental Techniques**, v. 38, n. 5, p. 1–3, 2014a.

REU, P. All about speckles: Speckle Size Measurement. **Experimental Techniques**, v. 38, p. 1–2, 2014b.

REU, P. Speckles and their relationship to the digital camera. **Experimental Techniques**, v. 38, n. 4, p. 1–2, 2014c.

REU, P. All about speckles: Edge sharpness. **Experimental Techniques**, v. 39, n. 2, p. 1–2, 2015a.

REU, P. All about speckles: Speckle density. **Experimental Techniques**, v. 39, n. 3, p. 1–2, 2015b.

REU, P. All about speckles: Speckle Contrast. **Experimental Techniques**, v. 39, p. 1–2, 2015c.

REU, P. Points on Paint. **Experimental Techniques**, v. 39, n. 4, p. 1–2, 2015d.

REZGUI, F. et al. Plastic deformation of low-density polyethylene reinforced with biodegradable polylactide, Part 1: Microstructural analysis and tensile behavior at constant true strain-rate. **Polymer Engineering & Science**, v. 51, n. 1, p. 117–125, 2011.

ROBERTSON, R. E. Theory for the Plasticity of Glassy Polymers. **The Journal of Chemical Physics**, v. 44, n. 10, p. 3950–3956, 1966.

SCHREIER, H. W.; BRAASCH, J. R.; SUTTON, M. A. Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation. **Optical Engineering**, v. 39, n. 11, p. 2915–2921, 2000.

SCHWAAB, M. **Avaliação de Algoritmos Heurísticos de Otimização em Problemas de Estimação de Parâmetros**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005.

SCHWAAB, M.; PINTO, J. C. **Análise de Dados Experimentais, I: Fundamentos de Estatística e Estimação de Parâmetros**. Rio de Janeiro: E-papers, 2007.

SCIAMMARELLA, C. A.; SCIAMMARELLA, F. M. **Experimental Mechanics of Solids**. West Sussex: John Wiley & Sons, 2012.

SÉGUÉLA, R. Plasticity of semi-crystalline polymers: crystal slip versus melting-recrystallization. **e-Polymers**, v. 32, p. 1–20, 2007.

SINGH, R. Mechanical Properties and Testing of Metals. In: **Applied Welding Engineering**. Elsevier, 2016a. p. 103–110.

STOKES, V.; KRAJCINOVIC, D. (EDS.). **Constitutive Modeling for Nontraditional Materials**. ASME, 1987.

STROBL, G. **The Physics of Polymers: Concepts for Understanding Their Structures and Behavior**. Berlin: Springer, 2007.

SUN, Z.; LYONS, J. S.; MCNEILL, S. R. Measuring Microscopic Deformations with Digital Image Correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 27, n. 4, p. 409–428, 1997.

SUTTON, M. et al. Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. **Image and Vision Computing**, v. 4, n. 3, p. 143–150, 1986.

SUTTON, M. A. et al. Determination of displacement using an improved digital image correlation method. **Image and Vision Computing**, v. 1, n. 3, p. 133–139, 1983.

SUTTON, M. A. et al. The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital

image correlation measurements. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 46, n. 10, p. 746–757, 2008.

SUTTON, M. A. et al. Introduction to digital image correlation: Best practices and applications. **Experimental Techniques**, v. 36, n. 1, p. 3–4, 2012.

SUTTON, M. A.; ORTEU, J. J.; SCHREIER, H. W. **Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications**. New York: Springer, 2009.

TITOW, W. V. **PVC plastics: properties, processing, and applications**. New York: Elsevier, 1990.

TITOW, W. V. **PVC Technology**. New York: Elsevier Applied Science, 1986.

TONG, W. An Evaluation of Digital Image Correlation Criteria for Strain Mapping Applications. **Strain**, v. 41, n. 4, p. 167–175, 2005.

TRELOAR, L. R. G. The elasticity of a network of long-chain molecules. I. **Transactions of the Faraday Society**, v. 39, p. 36–41, 1943.

TRELOAR, L. R. G. The elasticity and related properties of rubbers. **Reports on Progress in Physics**, v. 36, p. 755–826, 1973.

TRUFASU, D. C. et al. **Parameter Identification of Mechanical Behavior Law for Polyether-ether-ketone Composites**. 22nd International DAAAM Symposium, Vienna, 2011.

TUREK, D. E. On The Tensile Testing of High Modulus Polymers and the Compliance Correction. **Polymer Engineering and Science**, v. 33, n. 6, p. 328–334, 1993.

TURNER, D. Z. **Digital Image Correlation Engine (DICE) Reference Manual**. [s.l: s.n.].

VAN MIEGHEM, B.; IVENS, J.; VAN BAEL, A. Benchmarking of depth of field for large out-of-plane deformations with single camera digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 91, p. 134–143, 2017.

VINCENT, P. I. A correlation between critical tensile strength and polymer cross-sectional area. **Polymer**, v. 13, n. 12, p. 558–560, 1972.

WARD, I. M. Review: The yield behaviour of polymers. **Journal of Materials Science**, v. 6, n. 11, p. 1397–1417, 1971.

WARD, I. M.; SWEENEY, J. **An Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers**. New Jersey: John Wiley & Sons Ltd., 2011.

WARD, I. M.; SWEENEY, J. **Mechanical Properties of Solid Polymers**. New

Delhi: John Wiley & Sons, 2013.

WATTRISSE, B. et al. Analysis of Strain Localization during Tensile Tests by Digital Image Correlation. **Experimental Mechanics**, v. 41, n. 1, p. 29–39, 2000.

WITTEVRONGEL, L. et al. Evaluation of Methodologies for Compensation of out of Plane Motions in a 2D Digital Image Correlation Setup. **Strain**, v. 51, n. 5, p. 357–369, 2015.

WYPYCH, G. **Handbook of Polymers**. Toronto: Elsevier, 2012.

XU, X.; SU, Y.; ZHANG, Q. Theoretical estimation of systematic errors in local deformation measurements using digital image correlation. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 88, p. 265–279, 2017.

YAOFENG, S.; PANG, J. H. L. Study of optimal subset size in digital image correlation of speckle pattern images. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 45, n. 9, p. 967–974, 2007.

YONEYAMA, S. et al. In-Plane Displacement Measurement Using Digital Image Correlation with Lens Distortion Correction. **JSME International Journal Series A**, v. 49, n. 3, p. 458–467, 2006.

YURINDATAMA, D.; BARSOUM, I. Constitutive model and failure locus of a polypropylene grade used in offshore intake pipes. **Polymer Testing**, v. 57, p. 245–259, 2017.

ZHAN, Q. et al. Digital image correlation involves an inverse problem: A regularization scheme based on subset size constraint. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 81, p. 54–62, 2016.