

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

IDENTIFICAÇÃO DE UM MODELO VISCOELÁSTICO PARA O
COMPORTAMENTO DE RELAXAÇÃO DE TENSÕES DO PTFE
SOB COMPRESSÃO E EM TEMPERATURA AMBIENTE

Salvino Cezar Mello de Macêdo

São Carlos

2019

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

IDENTIFICAÇÃO DE UM MODELO VISCOELÁSTICO PARA O
COMPORTAMENTO DE RELAXAÇÃO DE TENSÕES DO PTFE
SOB COMPRESSÃO E EM TEMPERATURA AMBIENTE

Salvino Cezar Mello de Macêdo

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

Orientador: Dr. Rodrigo Bresciani Canto

Agência Financiadora: CNPq - Processo n°: 130167/2018-5

São Carlos

2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à Katia Maria de Mello e Isa Maria de Mello (In memoriam).

VITAE DO CANDIDATO

Engenheiro de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2017).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

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

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Salvino Cezar Mello de Macêdo, realizada em 29/08/2019:

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'R. Bresciani Canto', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'José Alexandrino de Souza', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. José Alexandrino de Souza
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Marco Lucio Bittencourt', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Marco Lucio Bittencourt
UNICAMP

AGRADECIMENTOS

A verdade é que só cheguei até aqui porque sempre fui rodeado pelas melhores pessoas possíveis. Gostaria de agradecer a minha família, em especial à minha mãe Kátia, por todo o apoio e por sempre servir de exemplo como pessoa e profissional. Dedico à minha falecida tia Isa por ser como uma segunda mãe para mim durante toda a minha vida, dando suporte à minha educação desde que eu nasci. Tudo o que eu tenho/sou é devido a essas duas mulheres.

Agradeço a todos os que me ajudaram dentro do laboratório. Principalmente o professor Rodrigo Canto, por estar sempre presente (mesmo com mil coisas para fazer) nos auxiliando com suas ideias e experiência. Também preciso agradecer aos meus colegas de laboratório. Vargas, quem eu aturo as piadas ruins desde 2012, mas também que sempre me ajudou tanto nas matérias quanto nas minhas análises e ensaios. Caiuã e Vinicius, que sempre me ajudaram também desde o começo do meu mestrado, com ideias, conselhos e acompanhando os meus ensaios. Também dedico aos *Matheuses*, Relas por ajudar (e muito) na construção da câmara térmica e Pelé por me acompanhar na confecção dos corpos de prova e nos ensaios. Também ao pessoal do prof. Ricardo que sempre estiveram presentes nas reuniões. Todas as discussões (sérias ou não, dentro e fora do LSC) contribuíram bastante para a confecção deste mestrado. Sou muito grato por fazer parte deste grupo de pesquisa.

Gostaria de agradecer a todos os meus amigos, de São Carlos e de Brasília, pelos conselhos, discussões, piadas, festas e companhia durante todo esse tempo. Não vou citar todos aqui pois irei esquecer de alguns (e falta espaço), então só gostaria que soubessem que estão todos no meu coração.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Contou-se também com o apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq - Processo n^o: 130167/2018-5.

RESUMO

A identificação de modelos viscoelásticos é importante para o design de peças poliméricas por tornar previsível o comportamento mecânico do material em condições críticas. No entanto, a caracterização deste comportamento é complexa pois envolve ensaios de longa duração. Portanto, o objetivo deste trabalho é caracterizar o comportamento mecânico e identificar um modelo viscoelástico para o PTFE, aplicando este modelo na simulação do Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF), que simplifica a caracterização da relaxação de tensões em polímeros, visando aperfeiçoar a configuração do ensaio. A caracterização do comportamento mecânico do PTFE foi feita por meio de ensaios mecânicos de compressão cíclicos com a aplicação de tensões máximas progressivas e patamares de recuperação. A identificação do modelo viscoelástico foi realizada mediante ensaios de relaxação de tensão acoplados a simulações computacionais em elementos finitos (EF) e rotina de otimização. Estes ensaios foram realizados com o auxílio da técnica de correlação de imagens digitais a fim de se medir o campo de deformações dos corpos de prova durante os ensaios. O aperfeiçoamento do EAEF foi feito por meio da análise em EF do ensaio em diferentes configurações geométricas, utilizando o software de EF Abaqus e a identificação dos parâmetros do modelo constitutivo do PTFE foi feita por análise inversa utilizando o software de otimização Isight. Nas condições ensaiadas, a caracterização mecânica identificou a tensão de escoamento do PTFE (entre 5,0 e 5,5 MPa), seu coeficiente de Poisson (0,46) e módulo elástico (675 ± 25 MPa). O modelo constitutivo Parallel Rheological Framework (PRF) identificado foi capaz de representar com boa aproximação o comportamento do PTFE sob relaxação de tensões e as simulações do EAEF indicaram que a geometria mais apropriada do corpo de prova para o PTFE analisado deve ser próxima a de um tubo, com 4 mm de espessura e 25 mm de altura.

Palavras-chave: PTFE; Relaxação de tensões; Método dos elementos finitos; Correlação de imagens digitais

IDENTIFICATION OF A VISCOELASTIC MODEL FOR THE STRESS RELAXATION BEHAVIOR OF PTFE UNDER COMPRESSION AND ROOM TEMPERATURE

ABSTRACT

The identification of viscoelastic models is important for the design of polymeric parts by making the mechanical behavior of the material predictable under critical conditions. However, the characterization of this behavior is costly and complex because it involves long duration tests. Therefore, the main objectives of this work are to characterize the mechanical behavior of PTFE, identify a viscoelastic model and subsequently apply this model in the simulation of the Shaft-Hole Coupling Test (SHCT), which simplifies the characterization of stress relaxation of polymers, to improve the test configuration. The characterization of the mechanical behavior of PTFE was performed via cyclic compressive tests with the application of progressive maximum stresses and recuperation plateaus. The identification of the viscoelastic model was achieved by employing stress relaxation tests along with computer simulations using finite element analysis (FEA) and an optimization workflow. These tests were performed using the digital image correlation (DIC) technique to measure the strain field in which the samples were submitted during the tests. The improvement of the SHCT was carried out by the FEA of the test with different geometry configurations using the software Abaqus, and the identification of the constitutive model parameters was achieved using the optimization software Isight. Under the tested conditions, the mechanical characterization identified the yield stress (between 5.0 and 5.5 MPa), the Poisson coefficient (0.46) and the elastic modulus (675 ± 25 MPa) of PTFE. The identified Parallel Rheological Framework (PRF) constitutive model was able to capture, with a good approximation, the stress relaxation behavior of PTFE and the SHCT simulations pointed out that the most suitable specimen geometry of the sample must resemble a tube with 4 mm thickness and 25 mm height.

Keywords: PTFE; Stress relaxation; Finite element method; Digital image correlation

PUBLICAÇÕES

MELO, C. C.; MACÊDO, S.; SCIUTI, V. F.; CANTO, R. B. A novel mechanical test for the stress relaxation analysis of polymers. *Polymer Testing*, Elsevier, v. 73, p. 276–283, 2019.

de MACÊDO, S.C.M; MELO C. C.; SCIUTI, V. F.; CANTO R. B. Identificação dos parâmetros de um modelo constitutivo viscoelástico para o PTFE por meio da modelagem computacional e software de otimização Isight™. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, 23, 2018. Anais. Foz do Iguaçu - PR. Novembro 2018.

de MACÊDO, S.C.M; FURLAN, M; GARCIA, M.F; CANTO, R.B. Identificação do limite de escoamento e propriedades elásticas sob compressão do PTFE em temperatura ambiente utilizando correlação de imagens digitais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 15, 2019. Anais. Bento Gonçalves - RS. Outubro 2019.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES	ix
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS	xxi
LISTA DE SÍMBOLOS	xxiii
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	5
2.1 Politetrafluoretileno	5
2.2 Comportamento mecânico de polímeros	8
2.2.1 Viscoelasticidade	8
2.2.2 Fatores que influenciam o comportamento mecânico de po- límeros	11
2.3 Modelos viscoelásticos de materiais	14
2.3.1 Modelo de Maxwell	14
2.3.2 Modelo de Voigt	17
2.3.3 Modelo de Maxwell Generalizado	18
2.3.4 Modelo <i>Parallel Rheological Framework</i>	19
2.4 Ensaios de relaxação de tensão	21
3 MATERIAIS E MÉTODOS	25

3.1	Materiais	25
3.2	Métodos	25
3.2.1	Produção dos corpos de prova	25
3.2.2	Ensaio cíclicos	27
3.2.3	Ensaio convencionais de relaxação de tensões	28
3.2.4	Correlação de imagens digitais	28
3.2.5	Desenvolvimento de uma câmara térmica para controle da temperatura no CDP	31
3.2.6	Análise em elementos finitos	32
3.2.7	Identificação dos parâmetros do modelo constitutivo	33
3.2.8	Simulação do Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF)	35
3.2.9	Fluxograma de trabalho	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1	Identificação preliminar do modelo constitutivo	41
4.2	Determinação da tensão de escoamento e dos parâmetros elásticos do PTFE	44
4.2.1	Ensaio de compressão uniaxial cíclicos	44
4.2.2	Deformação fora do plano	48
4.3	Ensaio de relaxação de tensões	49
4.4	Identificação dos parâmetros do modelo constitutivo <i>Parallel Rheological Framework</i>	52
4.5	Estudo de caso: aprimoramento da geometria do EAEF	54
5	CONCLUSÕES	65
6	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	67
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69
	APÊNDICE A: DETALHAMENTO DA CÂMARA TÉRMICA	75
	APÊNDICE B: ENSAIOS CÍCLICOS	81

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1	Propriedades do politetrafluoretileno em comparação com polietileno de alta densidade (PEAD) e poliamida 6 (PA 6), disponíveis comercialmente [4, 14].	7
Tabela 4.1	Propriedades do PTFE obtidas por meio do ensaios cíclicos auxiliados pela técnica de correlação de imagens digitais (CID). . .	48
Tabela 4.2	Parâmetros do modelo PRF referentes à resposta elástica regida pela lei <i>Neo-Hooke</i> identificados pela análise inversa.	53
Tabela 4.3	Parâmetros do modelo PRF referentes à resposta viscosa regida pela lei <i>Power-law strain hardening</i> identificados pela análise inversa.	53

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Desenho esquemático do aparato experimental utilizado no Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF). Adaptado de Melo, 2016 [2]	3
Figura 2.1 Diagrama de fases do PTFE em função da pressão e temperatura. Adaptado de Sciuti [9].	6
Figura 2.2 Rotação de segmentos curtos em uma cadeia polimérica (movimento "crankshaft") [23]	10
Figura 2.3 Esquematisação das deformações impostas (input) e das forças medidas (output) em função do tempo no ensaio de relaxação de tensões convencional. Adaptado de [26].	11
Figura 2.4 Influência da temperatura no comportamento de polímeros. A) Tensão vs. deformação sob diferentes temperaturas para o PTFE, adaptado de [15]. B) Variação do módulo elástico em função da temperatura para o poliestireno, adaptado de [28].	12
Figura 2.5 Exemplos da influência da taxa de deformação no comportamento de polímeros. A) Tensão vs. deformação sob diferentes taxas de deformação para o PEEK B) Variação da tensão de escoamento em função da taxa de deformação para o PEEK, adaptado de [29].	13
Figura 2.6 Influência do grau de cristalinidade no comportamento de polímeros. Tensão vs. deformação para dois graus de cristalinidade para o PTFE, adaptado de [15].	14
Figura 2.7 Representação esquemática do modelo de Maxwell [31].	15
Figura 2.8 Evolução do módulo de relaxação em relação ao tempo, descrito pelo modelo de Maxwell [32]	17
Figura 2.9 Representação esquemática do modelo de Voigt [31]	17
Figura 2.10 Representação esquemática do modelo de Maxwell Generalizado [2]	18

Figura 2.11 Representação esquemática do modelo <i>Parallel Rheological Framework</i> [34]	20
Figura 2.12 Aparatos experimentais especificados pela norma ASTM E328. A) Compressão B) Tração C) Flexão. Adaptado de [26].	21
Figura 2.13 Vista em corte transversal do equipamento utilizado para ensaio de relaxação de tensões de Horst <i>et al.</i> : (1) Flange inferior, (2) suporte flutuante, (3) amostra, (4) flange superior, (5) espaçador, (6) pistão com célula de carga, (7) plataforma de cobre, (8) cobertura de cobre, (9) pilares, (10) junta , (11) suporte, (12) prensa parafuso, (13) disco de pressão. Retirado da Ref. [46].	22
Figura 2.14 Equipamento de relaxação de tensões de Othman e Hepburn. a) vista superior do suporte b) esquema das forças que atuam sobre a amostra durante o ensaio. F é a força aplicada, y deflexão vertical, f força de reação do elastômero e $2L$ é o comprimento do CDP. Adaptado de Othman e Hepburn [44].	23
Figura 3.1 Fotografia de grânulos de PTFE (Teflon® 807-N X) como recebido da indústria [16].	25
Figura 3.2 Esquema do processo de fabricação dos CDPs paralelepípedicos utilizados nos ensaios mecânicos.	26
Figura 3.3 Esquema temperatura vs. tempo do programa de sinterização do PTFE [7]	27
Figura 3.4 Esquema da câmara térmica confeccionada neste trabalho. A temperatura é mantida em $25 \pm 0,5$ °C por quatro placas de Peltier que são controladas por um sistema de Arduino™. Três janelas foram utilizadas para iluminação e aquisição de imagens do CDP	32
Figura 3.5 Desenho esquemático do modelo em elementos finitos utilizado nas análises de relaxação de tensões.	33

Figura 3.6 Fluxograma de otimização utilizado pelo software Isight™ para a realização da identificação dos parâmetros do modelo constitutivo. O Software estabelece uma rotina de otimização iterativa onde um algoritmo de otimização varia os parâmetros do modelo de material utilizado nas simulações e compara os resultados obtidos virtualmente com as curvas experimentais até que uma convergência satisfatória seja atingida.	34
Figura 3.7 A) Opções utilizadas na configuração do algoritmo de otimização Pointer nas análises do software Isight B) Parâmetros do modelo constitutivo utilizados como variáveis durante as análises de otimização	35
Figura 3.8 Etapas da execução do EAEF para a caracterização da relaxação de tensões em polímeros [2]	36
Figura 3.9 Esquema que representa o estado de tensões imposto sobre o corpo de prova durante o EAEF	37
Figura 3.10 Desenho esquemático do modelo em elementos finitos do EAEF utilizado neste trabalho. Adaptado de [2].	38
Figura 3.11 Fluxograma do procedimento de identificação do modelo constitutivo e sua aplicação na análise computacional do EAEF, visando o aprimoramento da geometria do CDP utilizado no ensaio.	39
Figura 4.1 Três diferentes condições do EAEF, evidenciando a não correspondência do modelo de Maxwell generalizado. Adaptado de [2].	42
Figura 4.2 Comparação entre os dados experimentais e o modelo PRF preliminar identificado: A) Ensaio de acoplamento eixo-furo e B) Ensaio de relaxação sob compressão simples. Adaptado de [58]. .	43

Figura 4.3	A) Deformação residual medida por CID para cada ciclo efetuado B) Gráfico de tensão vs. deformação do ciclo de 5,5 MPa, onde a primeira deformação residual foi observada acima do limite estabelecido pelo ruído da técnica de CID. C) Gráfico de deformação vs. tempo do patamar de recuperação, evidenciando o tempo de estabilização da recuperação viscosa.	46
Figura 4.4	Gráfico de deformação longitudinal vs. deformação transversal obtido pela CID para o ciclo 4MPa. O coeficiente de Poisson é determinado pelo coeficiente angular de uma aproximação linear da curva.	47
Figura 4.5	Deformação vs. longitudinal e ajuste das curvas para identificação do coeficiente de Poisson utilizando uma a) Câmera posicionada a 300 mm do CDP b) Câmera posicionada a $\approx 3,5$ m do CDP.	49
Figura 4.6	Ensaio de relaxação de tensões sob compressão simples em três níveis de tensão máxima aplicada A) Gráfico de tensão compressiva vs. tempo B) Temperatura medida ao longo dos ensaios.	50
Figura 4.7	A) Gráfico de deslocamento vs. tempo obtidos pelo sistema de aquisição da máquina de ensaios B) Deslocamentos (variação do comprimento do CDP) vs. tempo obtidos via CID em comparação com a força medida pela máquina de ensaios. As variações no comprimento do CDP são resultantes da diferença entre os deslocamentos da aresta superior e inferior do CDP medidos via CID.	51
Figura 4.8	Resultados obtidos pela CID referentes à foto 200 (≈ 2.5 dias de ensaio) do ensaio de 2 MPa. A) Campo de deslocamentos, em milímetros. Os nós da borda utilizados na análise dos deslocamentos estão destacados B) Campo de deformações.	52
Figura 4.9	Comparação entre as curvas experimentais e o modelo de elementos finitos do ensaio de relaxação de tensões para três níveis de tensão aplicada (2, 3 e 4 MPa)	54

Figura 4.10 A) Gráfico de tensão circunferencial interna, externa e a razão entre elas para as diferentes espessuras de corpo de prova analisadas. B) Gráfico das tensões radiais e circunferenciais internas, e a razão entre elas C) Tensão de von Mises normalizada em função do tempo em CDPs de duas diferentes espessuras: 4 e 25 mm.	56
Figura 4.11 Diagrama dos invariantes q vs. p onde uma superfície de Drucker-Prager foi adotada como critério de escoamento do PTFE. Cada ponto é correspondente a uma espessura de CDP. Destaca-se que valores de p positivos representam uma tensão normal média de compressão.	58
Figura 4.12 Força de reação máxima medida na ponta do eixo referente à força de atrito entre o CDP e o eixo metálico para cada espessura de CDP analisadas pelo MEF	59
Figura 4.13 A) Gráfico de tensão circunferencial interna, externa e a razão entre elas para as diferentes alturas de corpo de prova analisadas. B) Diagrama dos invariantes q vs. p onde uma superfície de Drucker-Prager foi adotada como critério de resistência do PTFE. Cada ponto é correspondente a uma altura de CDP.	60
Figura 4.14 Força de reação máxima medida na extremidade do eixo referente à força de atrito entre o CDP e o eixo metálico para cada altura de CDP analisadas pelo MEF	61
Figura 4.15 Modelo axissimétrico em elementos finitos da configuração aprimorada do CDP (4 mm de espessura e 25 mm de altura) no EAEF. A distribuição das tensões radiais, circunferenciais e de von Mises são exibidas.	62
Figura 4.16 Gráfico da força de reação na extremidade do eixo vs. tempo da simulação numérica do EAEF para a configuração aprimorada do CDP (4 mm de espessura e 25 mm de altura).	63

Figura 7.1	Desenho esquemático dos módulos de potência para o controle de temperatura da câmara térmica.	75
Figura 7.2	Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 1	76
Figura 7.3	Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 2	77
Figura 7.4	Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 3	78
Figura 7.5	Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 4	79
Figura 7.6	Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 2,0 MPa; 3,0 MPa; 3,5MPa; 4,0 MPa.	81
Figura 7.7	Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 4,5 MPa; 5,0 MPa; 5,5MPa; 6,0 MPa.	82
Figura 7.8	Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 6,5 MPa e 7,0 MPa	82

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ASTM - American Society for Testing and Materials

CDP - Corpo de prova

CID - Correlação de Imagens Digitais

DIC - Digital Image Correlation

EAEF - Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo

EF - Elementos Finitos

FEA - Finite Element Analysis

ISO - International Standards Organization

LED - Light Emitting Diode

MDF - Medium Density Fireboard

MEF - Método dos Elementos Finitos

PRF - Parallel Rheological Framework

PTFE - Politetrafluoretileno

PWM - Pulse Width Modulation

SHCT - Shaft-Hole Coupling Test

LISTA DE SÍMBOLOS

- A, m, n - Parâmetros do material utilizados no modelo PRF
 $C_{10}, D1$ - Parâmetros do material utilizados modelo Neo-Hookean
 d - Coesão do material
 e - Número de Euler
 E - Módulo de elasticidade
 E_m - Módulo elástico no elemento de mola do modelo de Maxwell
 E_v - Módulo elástico no elemento de mola do modelo de Voigt
 E_{rel} - Módulo de relaxação
 E_∞ - Módulo elástico de longa duração
 f - Imagem de referência
 F_s - Superfície de Drucker-Prager
 g - Imagem deformada
 p - Tensão normal média
 q - Tensão de von Mises
 t - Tempo
 T - Temperatura
 T_g - Temperatura de transição vítrea
 T_m - Temperatura de fusão
 \vec{u} - Deslocamento
 \vec{x} - vetor posição
 β - Ângulo de atrito interno
 δ - Delta de Dirac
 ε - Deformação
 $\dot{\varepsilon}$ - Taxa de deformação
 $\bar{\varepsilon}^{fl}$ - Deformação equivalente por fluência
 ε_0 - Deformação inicial aplicada
 ε_i - Deformação instantânea
 ε_l - Deformação longitudinal

ε_p - Deformação plástica

ε_{total} - Deformação total

ε_{tr} - Deformação transversal

ε_v - Deformação viscosa

\mathcal{H} - Função de Heaviside

η - Viscosidade do fluido do amortecedor em um elemento de Maxwell

ν - Coeficiente de Poisson

σ - Tensão

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ - Tensões principais

$\varsigma_{esc.}$ - Tensão de escoamento

ς_{rr} - Tensão radial

$\varsigma_{\vartheta\vartheta}$ - Tensão circunferencial

τ - Tempo de relaxação

1 INTRODUÇÃO

As propriedades mecânicas dos materiais poliméricos mesmo sob temperatura ambiente, são dependentes do tempo [1]. Isso significa que o seu comportamento mecânico é afetado pelo tempo e pela taxa de aplicação da carga. Este comportamento, denominado como viscoelástico (ou viscoplástico¹, quando houver deformações residuais permanentes), é decorrente de um rearranjo molecular não instantâneo, onde as moléculas poliméricas tendem a voltar a uma conformação de equilíbrio após a aplicação de uma tensão. Sendo assim, devido a esse rearranjo molecular, a aplicação de carregamentos de longa duração em materiais poliméricos acarreta em fenômenos como a fluência e a relaxação de tensões, o que pode levar a deformações, defeitos e/ou ruptura do material a longo prazo. Portanto, a análise do comportamento viscoelástico de longa duração é de extrema importância no projeto e dimensionamento de peças poliméricas.

Um dos principais objetivos da pesquisa em propriedades mecânicas de materiais é a identificação de parâmetros de modelos constitutivos. Estes modelos são capazes de expressar o comportamento mecânico do material em análises computacionais, possibilitando a simulação do desempenho do material em softwares comerciais como o ABAQUS™ e ANSYS™. A utilização dessa abordagem é de grande utilidade na indústria por tornar o comportamento mecânico de um material mais previsível, principalmente em aplicações mais críticas como na

¹ O termo viscoplasticidade é mais utilizado na área da mecânica dos materiais, enquanto que na área da ciência e engenharia de materiais o termo viscoelasticidade é utilizado para se referir tanto às deformações reversíveis como às irreversíveis.

indústria aeronáutica, siderúrgica e petrolífera. A identificação dos parâmetros e a validação destes modelos são feitas por meio de ensaios experimentais em diversas condições. Assim, o acoplamento da simulação computacional a ensaios experimentais possibilita que a caracterização mecânica do material seja feita de maneira mais eficiente e confiável.

No entanto, os ensaios de fluência e relaxação de tensões são normalmente custosos, pois a análise completa deste comportamento é trabalhosa e extensa (geralmente 10^6 s - 10^8 s ou 10 - 1000 dias por ensaio). Por este motivo, muitos pesquisadores são praticamente impossibilitados de realizar esta caracterização e optam por fazê-la de maneira incompleta (por disponibilidade de tempo e de equipamentos insuficientes) ou fazendo uso de extrapolações, inclusive quando a mesma é de extrema relevância em seus projetos. Sendo assim, a simplificação e/ou aperfeiçoamento de ensaios de longa duração se tornam fundamentais para o estudo do comportamento mecânico dos materiais poliméricos.

Com isso em mente, Melo, Canto et al. [2, 3] desenvolveram uma nova metodologia para a realização de ensaios de relaxação de tensões em materiais poliméricos, com o intuito de simplificar e diminuir os custos de cada análise em relação aos ensaios convencionais. O ensaio de acoplamento eixo-furo (EAEF) consiste em um dispositivo formado por um eixo metálico, com uma extremidade cilíndrica e outra com uma leve conicidade, um corpo de prova (CDP) polimérico no formato de um disco com furo centrado e uma chapa de suporte metálica, como pode ser visto na Figura 1.1. Este dispositivo pode ser acoplado, de maneira simples, a uma máquina de ensaios convencional para a realização de um ensaio de relaxação de tensões. A principal característica do EAEF é a possibilidade de se executar medidas intermitentes das tensões envolvidas, por meio do desacoplamento do dispositivo da máquina de ensaios sem alterar o nível de deformação imposto sobre o material. Isto libera a máquina para outros usos, permitindo uma maior eficiência de utilização dos equipamentos em um laboratório.

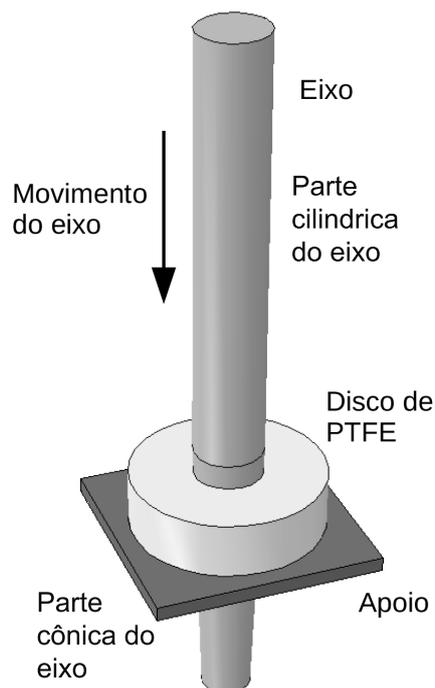


Figura 1.1 Desenho esquemático do aparato experimental utilizado no Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF). Adaptado de Melo, 2016 [2]

O EAEF se mostrou uma alternativa viável e satisfatória para a medição da relaxação de tensões em polímeros, contudo, a técnica foi desenvolvida e estudada de maneira preliminar. Sendo assim, este trabalho tem como objetivo, através do auxílio da simulação computacional pelo método dos elementos finitos (MEF), da técnica de correlação de imagens digitais (CID) e de outros tipos de ensaios mecânicos convencionais, identificar um modelo constitutivo viscoelástico para o PTFE e aplicar este modelo ao ensaio desenvolvido por Melo, Canto et al. [2, 3], buscando aperfeiçoá-lo. A identificação do modelo viscoelástico se deu por meio de ensaios mecânicos cíclicos de compressão, ensaios de relaxação de tensões sob compressão simples e dados experimentais do EAEF. Alguns ensaios mecânicos contaram com o auxílio da técnica de Correlação de Imagens Digitais (CID) a fim de obter, com uma maior precisão, as deformações em que as amostras estão submetidas durante os ensaios. Os parâmetros do modelo constitutivo do material foram obtidos pela aplicação do Método dos Elementos Finitos (MEF), utilizando o software ABAQUS™, em conjunto com o

software de otimização Isight™. O aperfeiçoamento do EAEF se deu por meio de uma análise computacional realizada no software ABAQUS™.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Politetrafluoretileno

O PTFE é um polímero de engenharia semicristalino, com estrutura molecular linear formada por uma cadeia principal de carbono com átomos de flúor ocupando todas as posições de grupos laterais. Esta simetria e linearidade facilitam a compactação molecular, garantindo um alto grau de cristalinidade para o PTFE [4]. Os cristais de PTFE produzidos a partir da polimerização possuem morfologia em cadeia estendida o que leva ao excepcional grau de cristalinidade (entre 90 e 98%) do PTFE virgem, no entanto, o PTFE sinterizado possui um grau de cristalinidade bem menor (cerca de 40-50%), devido à estrutura em lamelas dobradas dos cristalitos formados a partir do fundido [5–7]. Outro aspecto estrutural importante é a natureza da ligação atômica C-F, que possui uma energia de 116 kcal/mol, significativamente maior que a ligação C-H (99,5 kcal/mol) [4], presente no polietileno, por exemplo. Além disso, devido a grande diferença entre a eletronegatividade do carbono e do flúor, esta ligação atômica é altamente polar. A polaridade e o tamanho grande do átomo de flúor, influenciam no arranjo cristalino do PTFE, que possui diferentes conformações em diferentes condições de pressão e temperatura, como pode ser visto na Figura 2.1. Sob baixas pressões, as moléculas cristalinas do PTFE se arranjam em um formato helicoidal, no entanto, abaixo de 19°C, o polímero possui um sistema cristalino triclinico ordenado, enquanto que, acima de 19°C, sua célula cristalina assume a conformação hexagonal, menos ordenada, e o polímero apresenta um aumento significativo do seu volume específico (cerca de 1,3%) [8].

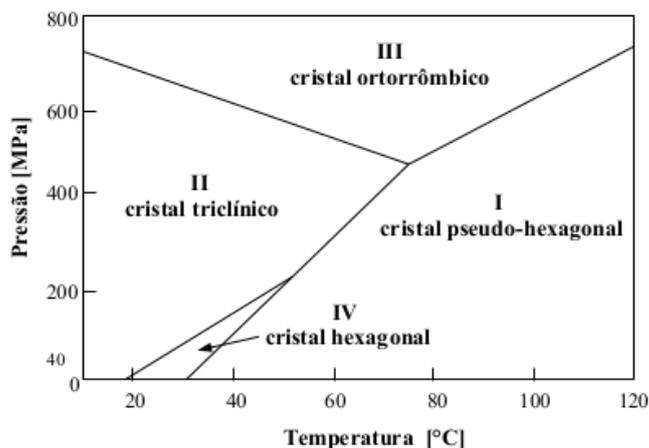


Figura 2.1 Diagrama de fases do PTFE em função da pressão e temperatura. Adaptado de Sciuti [9].

As características moleculares e estruturais do PTFE determinam suas propriedades. Na Tabela 2.1 são apresentadas algumas propriedades do PTFE em comparação com a poliamida 6 e o polietileno de alta densidade. Em relação a outros termoplásticos de engenharia, o PTFE apresenta elevada resistência térmica e química, baixo coeficiente de atrito com a superfície da maioria dos materiais como ligas metálicas, vidros e cerâmicas, e propriedades mecânicas moderadas [4, 10]. A elevada estabilidade da ligação C-F garante que seu rompimento por ação térmica só ocorra em altas temperaturas (acima de 400 °C [11–13]), assegurando a estabilidade térmica do polímero. Por consequência, a temperatura de fusão do PTFE sinterizado é 327 °C e sua temperatura máxima de serviço é 260 °C [4], sendo estes valores maiores do que a grande maioria dos polímeros. É importante ressaltar que a alta temperatura de fusão do PTFE também é consequência da alta rigidez das suas cadeias, que limita o número de conformações possíveis no estado fundido, levando à uma baixa entropia de fusão. Esta rigidez provém do impedimento estérico causado pelo grande volume ocupado pelos átomos de flúor da cadeia principal. A estabilidade química do PTFE resulta de diversos fatores. Além das fortes ligações estabelecidas com o carbono, o elevado tamanho da nuvem atômica do flúor e sua disposição simétrica no mero originam um revestimento uniforme, contínuo e eletricamente neutro, protegendo de ataques químicos as ligações C-C da cadeia principal.

Este revestimento também é responsável pelo baixo coeficiente de atrito do material e pela sua baixa energia superficial. Além disso, a ausência de dipolos permanentes, provenientes da neutralidade das cadeias de PTFE, origina forças intermoleculares fracas entre as moléculas, facilitando o seu deslizamento. Conseqüentemente, o PTFE possui propriedades mecânicas como tensão de escoamento e ruptura menores em relação a polímeros de engenharia, como a poliamida [4, 14].

Tabela 2.1 Propriedades do politetrafluoretileno em comparação com polietileno de alta densidade (PEAD) e poliamida 6 (PA 6), disponíveis comercialmente [4, 14].

Material	Temp. de fusão [°C]	Temp. máxima de serviço [°C]	Módulo elástico [GPa]	Tensão de escoamento [MPa]
PTFE	327	260	0,5	20-35
PEAD	105 - 140	75	1,0	30
PA 6	220	135	2,8	81

O processamento do PTFE é acompanhado de diversos desafios. Este polímero não é solúvel em solventes convencionais, sua temperatura de fusão é consideravelmente superior à da maioria dos polímeros ($\approx 327^\circ\text{C}$) e, devido à sua alta massa molecular ($10^6 - 10^8 \text{ g/mol}$), sua viscosidade na forma fundida é extremamente elevada ($10^{10} - 10^{12} \text{ Pa.s}$), dificultando muito o seu fluxo [4]. Portanto, sua conformação é realizada por maneiras não convencionais (e por vezes mais caras) em relação aos polímeros comuns. Usualmente, o PTFE é processado através da moldagem por compressão, onde o polímero em forma de pó é conformado em uma pré-forma que é posteriormente sinterizada sob temperaturas superiores ao seu ponto de fusão cristalina [4, 14, 15]. Gamboni *et al.* [16] estudaram a influência do ar aprisionado entre as partículas poliméricas, durante o processo de prensagem isostática, na microestrutura e propriedades mecânicas do PTFE. Constatou-se que a presença de ar aprisionado leva a formação de defeitos, alterações microestruturais e tensões internas após a etapa de sinterização, sendo deletérios para as propriedades mecânicas do polímero.

Desta forma, os pesquisadores desenvolveram uma metodologia para produção de peças maciças de PTFE, por meio da aplicação de pressões incrementais intermitentes com um intervalo de 24 horas entre cada aplicação. Isso minimiza o aprisionamento de ar entre as partículas de polímero, uma vez que o material prensado sob cargas menores possui poros e vazios abertos por onde o ar pode escapar após um certo tempo, evidenciando a importância de um intervalo entre cada etapa de prensagem. Consequentemente, a menor presença de vazios na peça leva a melhores propriedades mecânicas após a sinterização.

As propriedades únicas do PTFE possibilitam seu uso em diversas aplicações. Sua estabilidade química proporciona seu uso em implantes, como na reconstrução temporomandibular [17], da cadeia ossicular [18] e do assoalho orbital [19]. Adicionalmente, membranas de PTFE também são utilizadas em sistemas de células de combustível, como purificantes de ar e na filtragem de solventes [20]. Além disso, sua estabilidade térmica, baixo coeficiente de atrito e resistência química fazem do PTFE um ótimo material para vedação de válvulas em ambientes agressivos [21] e como material de revestimento em mancais de deslizamento [22].

2.2 Comportamento mecânico de polímeros

2.2.1 Viscoelasticidade

Os materiais poliméricos exibem um comportamento mecânico intermediário entre um sólido e um líquido, apresentando respostas elásticas e viscosas quando submetidos a tensões abaixo da tensão de escoamento. Este comportamento, chamado de viscoelástico, é dependente da estrutura do polímero e do tempo de solicitação [1, 14]. Quando este comportamento mecânico envolve deformações permanentes e dependentes do tempo, o termo viscoplasticidade pode ser empregado, principalmente na área da mecânica dos materiais. É necessário frisar que neste trabalho o termo plasticidade será utilizado baseando-se na definição de mecânica dos sólidos (ou dos meios contínuos) e da modelagem computacional, significando toda deformação não recuperável exibida por

um sólido após o descarregamento e um eventual tempo sob carga externa nula.

Quando um material polimérico é tensionado, suas moléculas podem se deformar de duas maneiras distintas: pelo estiramento e rotação das ligações atômicas intramoleculares (consideradas instantâneas) como também por meio do movimento em larga escala de segmentos da sua cadeia (considerado como dependente do tempo). Além disso, ao se deformar na direção da tensão aplicada, uma molécula polimérica diminui sua entropia conformacional e, conseqüentemente, aumenta a energia livre do sistema. Assim, com o objetivo de se atingir o equilíbrio termodinâmico, as cadeias poliméricas tendem a voltar a sua conformação inicial, relaxando tensões internas [1, 14]. A combinação destas respostas instantâneas e dependentes do tempo resultam no complexo comportamento viscoelástico de um polímero.

No entanto, a relaxação das moléculas poliméricas é um fenômeno dependente da temperatura do sistema. Em baixas temperaturas (da ordem de poucos Kelvin), as moléculas em um polímero permanecem praticamente fixas em suas posições. Os processos de relaxação das moléculas no estado amorfo, como rearranjos e movimentos intra e intermoleculares, se tornam possíveis com o aumento da energia térmica do sistema [23]. Segmentos curtos da cadeia principal podem se rotacionar e movimentar a cadeia, em um movimento chamado de manivela ou do inglês "crankshaft", como ilustrado na Figura 2.2. No caso do polietileno e do PTFE, estes movimentos ocorrem acima de -100°C [23, 24]. Além disso, grupos laterais da cadeia, quando presentes, também podem participar de processos de relaxação e sua energia de ativação é dependente do impedimento estérico e da polaridade do grupo. Por exemplo, o monômero do PMMA possui um grupo metil CH_3 ligado a sua cadeia principal e um grupo COOCH_3 constituído por um grupo carboxil (COO) e um outro grupo metil. Este grupo metil ligado ao grupo carboxil é flexível e consegue rotacionar em temperaturas acima de -263°C [23]. Já o grupo metil ligado a cadeia principal, devido ao seu impedimento estérico, só consegue se movimentar em aproximadamente -170°C [23]. O grupo carboxil só consegue relaxar acima de 20°C devido ao seu tamanho elevado e sua polaridade [23]. Segmentos largos adquirem mobilidade

somente a temperaturas maiores, na temperatura de transição vítrea. A vibração molecular nesta temperatura é suficiente para aumentar a distância das ligações intermoleculares, aumentando o volume livre entre as cadeias e permitindo que estes segmentos deslizem uns sobre os outros [23]. Portanto, acima da temperatura de transição vítrea a mobilidade das cadeias poliméricas é muito maior, possibilitando que segmentos de aproximadamente 50 átomos relaxem e se movimentem. Nas regiões cristalinas, devido ao maior empacotamento molecular, os mecanismos de relaxação são limitados a movimentos de finais de cadeia e rearranjos de defeitos da rede [23].

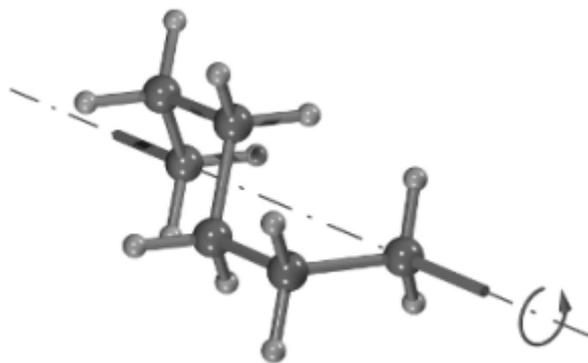


Figura 2.2 Rotação de segmentos curtos em uma cadeia polimérica (movimento "crankshaft") [23]

Uma forma importante de mensurar parâmetros do comportamento viscoso de um polímero é a partir de um ensaio de relaxação de tensões. Neste ensaio, uma amostra polimérica é rapidamente submetida à uma deformação constante e a tensão necessária para se manter esta deformação é medida. Como a molécula deformada tende a assumir um novo estado de equilíbrio, a tensão decai ao longo do tempo. A Figura 2.3 exibe um diagrama esquemático das deformações impostas (input) e das tensões medidas (output) em função do tempo no ensaio de relaxação de tensões. Neste ensaio, o módulo de relaxação do polímero diminui de um valor inicial E até um valor final estável E_{∞} . A velocidade deste processo é caracterizada pelo tempo de relaxação τ , sendo este o tempo associado a movimentos de larga escala na estrutura polimérica visando o alcance de um equilíbrio [25].

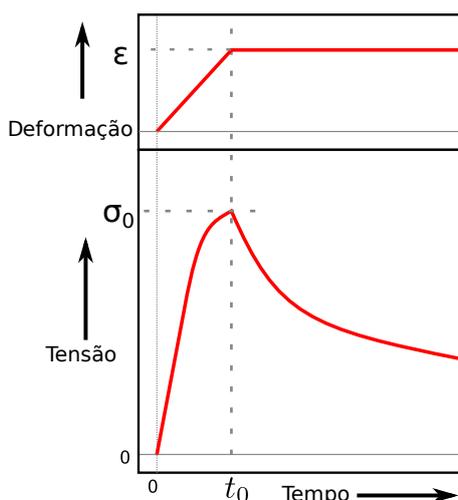


Figura 2.3 Esquemática das deformações impostas (input) e das forças medidas (output) em função do tempo no ensaio de relaxação de tensões convencional. Adaptado de [26].

2.2.2 Fatores que influenciam o comportamento mecânico de polímeros

Os três principais fatores que afetam o comportamento mecânico de polímeros são a temperatura, o tempo e a estrutura molecular. O aumento da temperatura do material enfraquece as ligações secundárias entre as moléculas, diminuindo sua rigidez. Além disso, os mecanismos de relaxação das moléculas, apresentados na Seção 2.2.1 (pág. 8), são ativados e favorecidos com o aumento da temperatura, contribuindo para a diminuição da resistência mecânica do material [23]. A ativação destes mecanismos caracteriza transições no comportamento mecânico do polímero, que passa de um estado vítreo sob baixas temperaturas, para um estado couráceo ou elastomérico quando a temperatura é aumentada. Estas mudanças são observadas por meio de reduções significativas no módulo de rigidez do material, em temperaturas específicas, como a T_g e T_m [27]. Na Figura 2.4 é ilustrada a dependência do comportamento mecânico de polímeros com a temperatura.

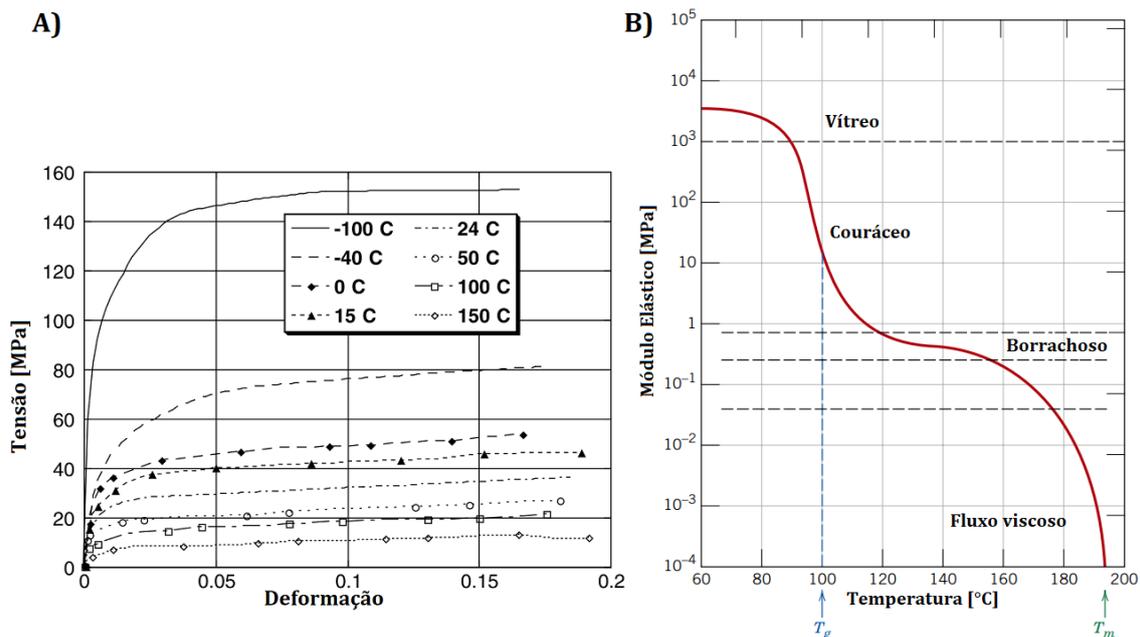


Figura 2.4 Influência da temperatura no comportamento de polímeros. A) Tensão vs. deformação sob diferentes temperaturas para o PTFE, adaptado de [15]. B) Variação do módulo elástico em função da temperatura para o poliestireno, adaptado de [28].

Devido aos efeitos de reorganização da estrutura molecular com o tempo, a taxa de aplicação de carga em polímeros possui uma influência significativa no seu comportamento mecânico, tanto no regime elástico quanto no regime plástico. Isto significa que menores taxas de deformação revelam um comportamento macroscópico de menor rigidez, uma vez que o polímero possui tempo suficiente para relaxar parcialmente as tensões impostas sobre ele por meio de mecanismos de relaxação [23]. Portanto, quanto maior o tempo entre cada passo de carga, uma parcela maior da tensão aplicada será atenuada. Analogamente, altas taxas de deformação provocam um enrijecimento do polímero. A influência da taxa de deformação na rigidez de um material polimérico pode ser ilustrada na Figura 2.5.

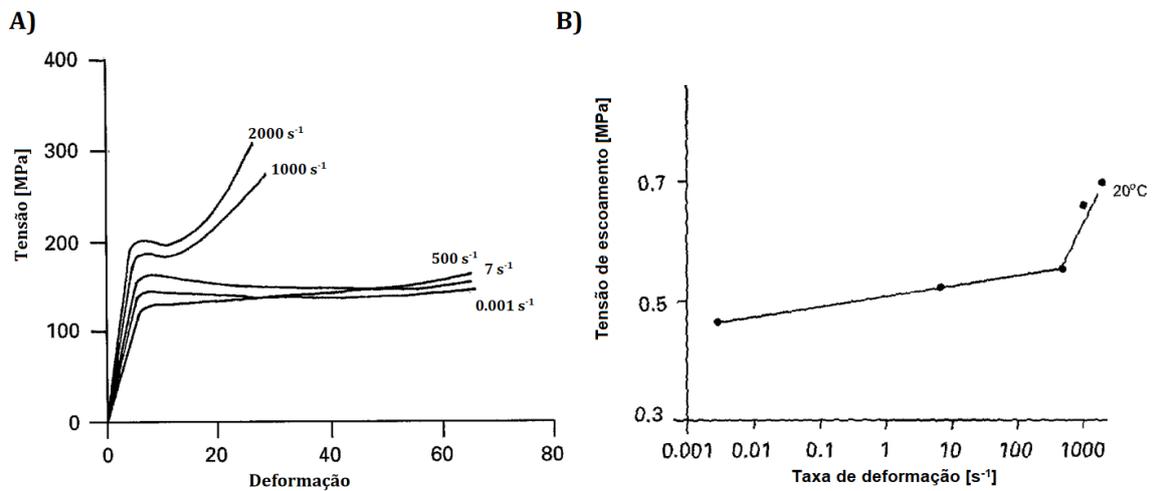


Figura 2.5 Exemplos da influência da taxa de deformação no comportamento de polímeros. A) Tensão vs. deformação sob diferentes taxas de deformação para o PEEK B) Variação da tensão de escoamento em função da taxa de deformação para o PEEK, adaptado de [29].

Por serem materiais semi-cristalinos, o grau de cristalinidade dos polímeros pode variar devido ao histórico térmico de processamento, alterando assim o seu comportamento mecânico. Um maior grau de cristalinidade aumenta a rigidez e a resistência mecânica do polímero, visto que os domínios cristalinos por si só são mais rígidos que os domínios amorfos. Além disso, os cristalitos presentes na estrutura do material ancoram e dificultam a mobilidade da região cristalina adjacente, também exercendo influencia nas temperaturas de transição da fase amorfa. Na Figura 2.6 ilustra-se como o grau de cristalinidade afeta a curva tensão-deformação de polímeros.

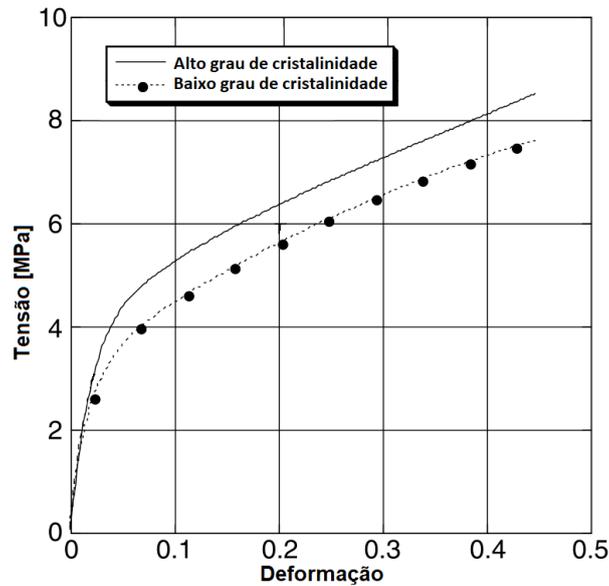


Figura 2.6 Influência do grau de cristalinidade no comportamento de polímeros. Tensão vs. deformação para dois graus de cristalinidade para o PTFE, adaptado de [15].

Em conclusão, é possível inferir que a resposta mecânica de um material polimérico é sensível a diversos fatores. Isto é, durante a modelagem do comportamento mecânico de um polímero, a temperatura do material precisa ser controlada durante toda a duração do ensaio, a taxa de carregamento deve ser bem estabelecida e deve-se tomar um cuidado extra ao se ensaiar amostras de fontes distintas, pois os materiais podem apresentar diferentes graus de cristalinidade. Adicionalmente, cabe salientar que estes fatores podem ser mais críticos quanto mais próximo as condições estiverem de transições de comportamento (transição de fase, ou em condições próximas do início da plasticidade).

2.3 Modelos viscoelásticos de materiais

2.3.1 Modelo de Maxwell

Um sólido viscoelástico pode ser representado através de modelos compostos por elementos mecânicos. Uma representação simples é o modelo de Maxwell, apresentado na Figura 2.7. Neste modelo, o material consiste em uma combinação em série de um elemento de mola, que representa a parcela elástica do sólido, e um amortecedor, representando a parcela viscosa. Quando uma tensão

é aplicada, a mola se deforma instantaneamente enquanto o amortecedor atua de forma dependente do tempo. Ao se retirar a tensão, a mola recupera totalmente sua deformação enquanto o amortecedor permanece deformado [1, 14]. Um sólido deformável é caracterizado por, ao ser submetido a um carregamento mecânico, assumir um estado de deformação de equilíbrio. Um fluido viscoso escoar a qualquer solicitação mecânica a ele aplicada. O modelo de Maxwell representa de forma mais adequada um fluido viscoso. Vale ressaltar que a distinção entre sólidos deformáveis e fluidos viscosos depende da janela de tempo em que o comportamento mecânico é observado, sendo muitas vezes tênue [30].¹

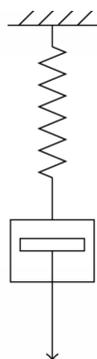


Figura 2.7 Representação esquemática do modelo de Maxwell [31].

Em um estado uniaxial de tensões, a deformação total é dada por uma combinação entre a deformação da mola e do amortecedor, por meio da equação 2.1:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{\sigma}{\eta} + \frac{1}{E_m} \frac{d\sigma}{dt} \quad (2.1)$$

em que ϵ é a deformação, t é o tempo, η é a viscosidade do fluido do amortecedor, E_m é o módulo elástico da mola e σ é a tensão aplicada. Pode-se citar ainda

¹Também poderia ser considerado como a representação de um modelo viscoplástico, uma vez que haveria, neste caso, deformações permanentes dependentes do tempo.

a relação entre η e E_m , dada pelo tempo de relaxação τ , segundo a equação 2.2.

$$\eta = \tau E_m \quad (2.2)$$

Em um ensaio de relaxação de tensões ideal, ou seja, aplicada uma deformação inicial ϵ_0 instantânea em um tempo t_0

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 \mathcal{H}(t - t_0) \quad (2.3)$$

em que \mathcal{H} é a função de Heaviside. A taxa de deformação será nesse caso expressa por:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \epsilon_0 \delta(t - t_0) \quad (2.4)$$

sendo $\delta(t - t_0)$ o delta de Dirac. Substituindo a Equação 2.4 na Equação 2.1 e resolvendo a equação diferencial resultante por fator integrante, tem -se:

$$\sigma(t) = E_m \epsilon_0 e^{-\frac{(t-t_0)}{\tau}} \quad (2.5)$$

No instante t_0 em que o carregamento é aplicado, a deformação se concentrará somente no elemento de mola, enquanto o elemento do amortecedor relaxará gradualmente, diminuindo as tensões em função do tempo, como pode ser notado interpretando a Figura 2.8 e a Equação 2.5. O módulo de relaxação $E_{rel}(t)$ é definido como uma parcela da equação 2.5 e expresso como:

$$E_{rel}(t) = E e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (2.6)$$

Como evidenciado pela Equação 2.6, o tempo de relaxação também é definido como o tempo necessário para que o módulo elástico diminua até $1/e$ ($\approx 0,37$) do seu valor inicial, uma vez que $E_{rel}(\tau) = E/e$ [14].

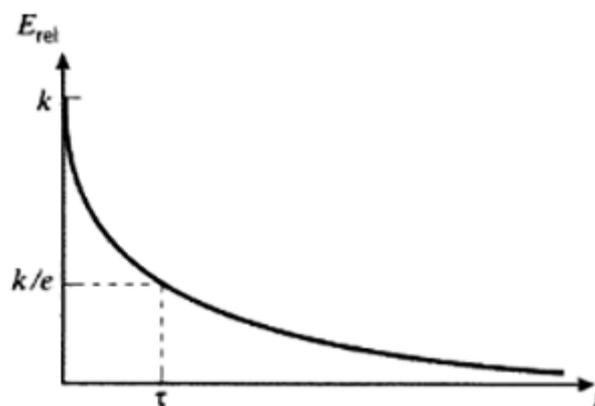


Figura 2.8 Evolução do módulo de relaxação em relação ao tempo, descrito pelo modelo de Maxwell [32]

2.3.2 Modelo de Voigt

Um outro modelo comumente utilizado para descrever o comportamento viscoelástico é o modelo de Voigt. Neste modelo, um elemento elástico de mola e um amortecedor viscoso são conectados em paralelo, como visto na Figura 2.9. Portanto, a deformação deve ser a mesma nos dois elementos e a tensão total é uma soma das tensões nos dois elementos [1, 14]. Assim, a equação fundamental de movimento é dada pela equação 2.7:

$$\sigma = \eta \frac{d\epsilon}{dt} + E_v \epsilon \quad (2.7)$$

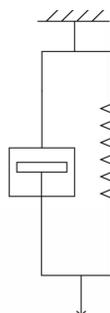


Figura 2.9 Representação esquemática do modelo de Voigt [31]

Em um ensaio de relaxação de tensões ideal, como descrito na Seção 2.3.1, a taxa de deformação tende a um grande valor ($\dot{\epsilon} \rightarrow \infty$) no instante inicial t_0 , resultando em uma singularidade ($\sigma \rightarrow \infty$) na Equação 2.7. Para tempos supe-

riores à t_0 , a Equação é reduzida à lei de Hooke em que $E_{rel}(t) = E_v$. Portanto, esse modelo não é capaz de representar fisicamente o fenômeno de relaxação de tensões.

2.3.3 Modelo de Maxwell Generalizado

Um polímero não possui somente um tempo de relaxação como prevê o modelo de Maxwell. Na realidade, segmentos moleculares de diversos tamanhos contribuem para a relaxação total do polímero, levando a uma distribuição de tempos de relaxação. O modelo generalizado de Maxwell é uma representação mais elaborada do comportamento viscoelástico de polímeros e consiste na associação de um elemento de mola com um número arbitrário de elementos de Maxwell conectados todos em paralelo, onde cada elemento de Maxwell possui um tempo de relaxação associado. Assim, o modelo se aproxima mais fielmente ao comportamento real do polímero [1]. Nota-se também, que o elemento de mola que está isolado, com rigidez E_∞ , garante que, após o descarregamento total e tempo suficiente de recuperação, não haja deformações residuais permanentes. Uma representação deste modelo pode ser vista na Figura 2.10.

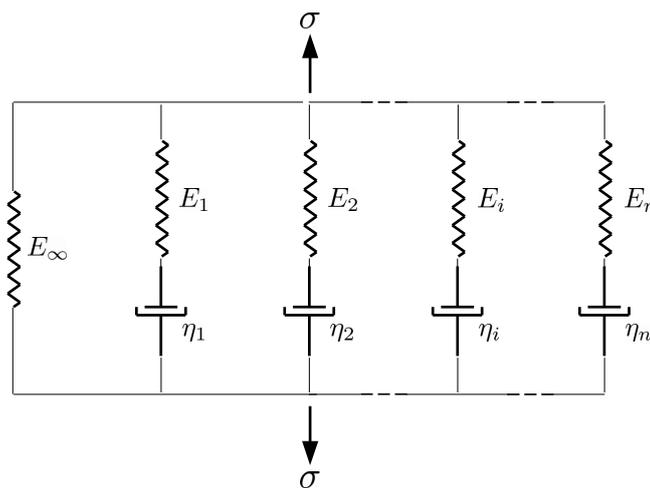


Figura 2.10 Representação esquemática do modelo de Maxwell Generalizado [2]

Em um ensaio de relaxação de tensões, todos os elementos sofrem a mesma deformação e a tensão total é a soma das tensões individuais sofridas por cada

elemento. Sendo assim:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = 0 = \frac{1}{E_i} \frac{d\sigma_{E,i}}{dt} + \frac{\sigma_{E,i}}{\eta_{E,i}} \quad (2.8)$$

$$i = 1, 2, 3 \dots n$$

$$\sigma_E = \sum_{i=1}^n \sigma_{E,i} \quad (2.9)$$

A integração da equação 2.8 nos dá as tensões parciais $\sigma_{E,i}$, que podem ser substituídas na equação 2.9 para o cálculo da tensão total. Quando a tensão total é dividida pela deformação constante ϵ_0 , o módulo de relaxação de tensão resulta na equação 2.10:

$$\begin{aligned} E_{rel}(t) &= E_\infty + \frac{\sigma_E(t)}{\epsilon_0} = \frac{\sigma_{E,1}(0)}{\epsilon_0} e^{-\frac{t}{\tau_1}} + \frac{\sigma_{E,2}(0)}{\epsilon_0} e^{-\frac{t}{\tau_2}} + \dots + \frac{\sigma_{E,n}(0)}{\epsilon_0} e^{-\frac{t}{\tau_n}} = \\ &= E_\infty + \sum_{i=1}^n E_i e^{-\frac{t}{\tau_i}} \end{aligned} \quad (2.10)$$

Em que $\sigma_{E,n}(0)$ é a tensão no n -ésimo elemento em $t = 0$ e E_∞ é o módulo de equilíbrio a longo prazo. Sendo assim, nota-se que o módulo de relaxação de tensões é a soma das respostas individuais de cada elemento.

O modelo generalizado de Maxwell é uma boa representação da viscoelasticidade linear, no entanto, o modelo não abrange a não linearidade do comportamento viscoelástico apresentada por muitos polímeros, principalmente durante ensaios de relaxação de tensões.

2.3.4 Modelo *Parallel Rheological Framework*

O modelo *Parallel Rheological Framework* (PRF) define um comportamento viscoelástico-elastoplástico de materiais e é capaz de modelar a viscoelasticidade não linear de polímeros [33, 34]. Este modelo é constituído por um número arbitrário (N) de redes elásticas (ou elasto-plásticas) e viscoelásticas em paralelo, como pode ser visto na Figura 2.11. Cada rede viscoelástica é definida por uma lei hiperelástica (onde considera-se a existência de uma função de ener-

gia de deformação [34]) e uma lei viscosa específica. Além disso, uma rede de equilíbrio (indicada por $\boxed{0}$ na Figura 2.11) puramente elástica ou elasto-plástica, pode ser definida, estabelecendo uma tensão limite em que o material tenderá durante sua relaxação. Caso essa rede não seja definida, a tensão imposta no material se relaxará até zero em tempos longos [33]. Adicionalmente, o modelo pode incluir plasticidade e efeito de Mullins em sua definição [34].

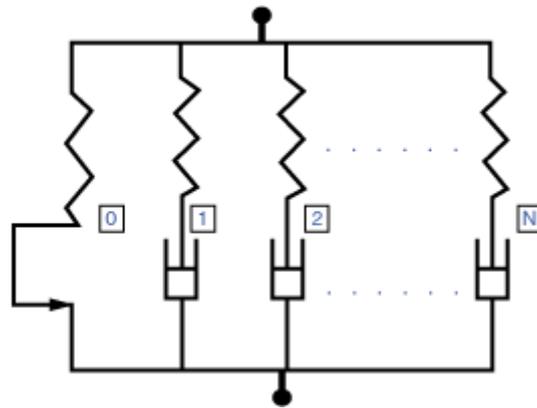


Figura 2.11 Representação esquemática do modelo *Parallel Rheological Framework* [34]

A resposta elástica do modelo é determinada por um comportamento hipere-lástico, sendo possível a utilização de diversos potenciais energéticos diferentes. Para se determinar o comportamento viscoso por completo, é preciso definir a lei de fluência. Por exemplo, uma lei comumente utilizada é a *Power-Law Strain Hardening* [33] que assume a forma

$$\dot{\bar{\epsilon}}^{\text{fl}} = (Aq^n[(m+1)\bar{\epsilon}^{\text{fl}}]^m)^{\frac{1}{m+1}} \quad (2.11)$$

sendo $\bar{\epsilon}^{\text{fl}}$ a deformação equivalente por fluência; A , m e n são parâmetros do material. Uma resposta com sentido físico é obtida quando A e n são positivos, e $-1 < m \leq 0$, além disso, nota-se que quando $m = 0$ e $n = 1$ o modelo representa o comportamento viscoelástico linear.

Implementado em 2012 no software de elementos finitos Abaqus™ [34], o modelo PRF pode ser utilizado na análise da viscoelasticidade não linear de materiais poliméricos elastoméricos [33, 35, 36], termoplásticos [33, 37, 38] e compósitos [39]. Portanto, este modelo foi escolhido para representar o material nas

análises elaboradas neste projeto de mestrado.

2.4 Ensaios de relaxação de tensão

O ensaio de relaxação de tensão convencional é usualmente realizado em uma máquina de ensaios universal por meio da aplicação de compressão uniaxial, tração uniaxial, flexão ou torção em um corpo de prova (CDP). Algumas normas foram desenvolvidas para este tipo de ensaio, como a ISO 3384 [40] e a ISO 6914 [41], que versam sobre o ensaio de relaxações em elastômeros sob tensão e compressão, respectivamente. Além disso, a norma ASTM E328 [26] especifica procedimentos e metodologias para a relaxação de tensões em materiais e estruturas. Nesta norma, alguns aparatos experimentais dedicados também são especificados, como pode ser visto na Figura 2.12.

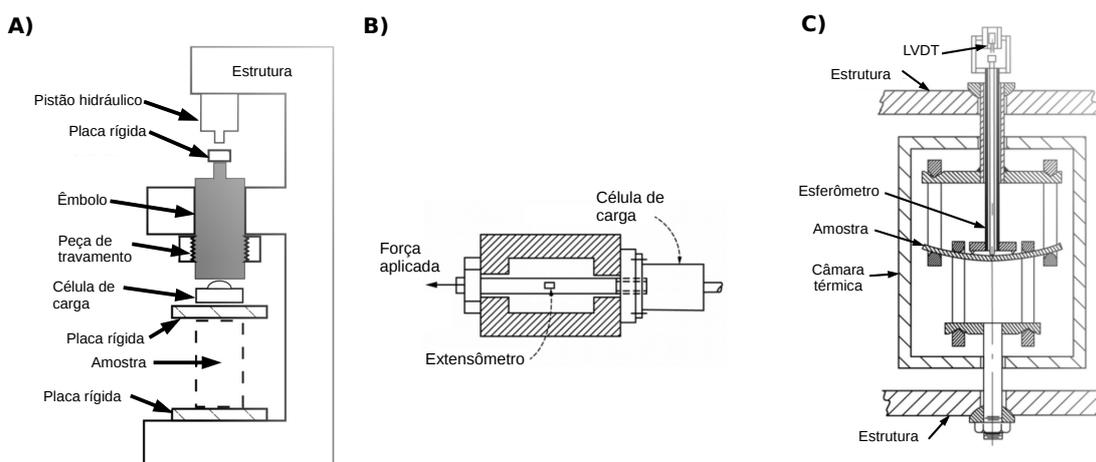


Figura 2.12 Aparatos experimentais especificados pela norma ASTM E328. A) Compressão B) Tração C) Flexão. Adaptado de [26].

Normalmente, os ensaios de relaxação de tensão em polímeros são executados por meio da monitoração contínua de corpos de prova por longos períodos de tempo, podendo durar horas, meses ou até anos. Conseqüentemente, a realização destes ensaios gera muitos custos e qualquer perturbação externa ao ensaio pode gerar erros irreparáveis nas medidas. Sendo assim, o desenvolvimento de novas técnicas e metodologias, visando o aperfeiçoamento, simplificação, bem como a capacidade de superação de perturbações externas desta caracteriza-

ção, é de extremo interesse para a comunidade científica e para a indústria.

Dentro deste contexto, diversos autores estudaram a relaxação de tensões em polímeros utilizando diversos dispositivos e metodologias alternativas [42–48]. Horst *et al.* [46] avaliaram a relaxação de tensões em elastômeros e espumas em ambientes quimicamente agressivos. Como apresentado na Figura 2.13, o equipamento utilizado consiste em uma célula de compressão com aquecimento acoplada a um suporte, onde se encontram os transdutores, expondo o material a temperaturas de envelhecimento ao longo do ensaio. Os autores observaram que o módulo de equilíbrio, E_{∞} , não pôde ser identificado em nenhum dos ensaios (cuja duração foi de no máximo $6 \cdot 10^5$ s ou ≈ 7 dias), evidenciando a necessidade de se ensaiar, de maneira precisa, os corpos de prova (CDPs) a tempos extremamente longos (superiores a $6 \cdot 10^6$ s ou ≈ 70 dias) para a determinação completa do comportamento de relaxação de tensões em polímeros.

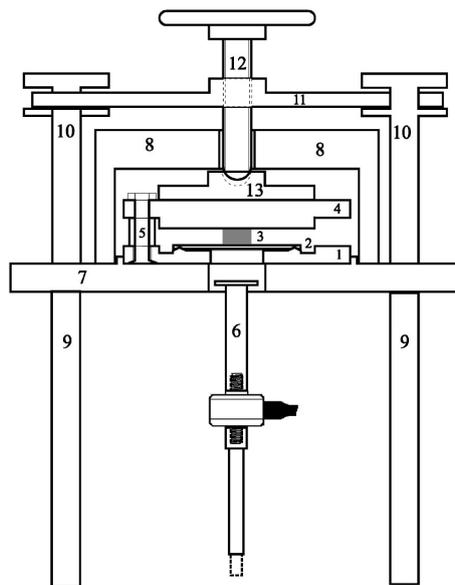


Figura 2.13 Vista em corte transversal do equipamento utilizado para ensaio de relaxação de tensões de Horst *et al.*: (1) Flange inferior, (2) suporte flutuante, (3) amostra, (4) flange superior, (5) espaçador, (6) pistão com célula de carga, (7) plataforma de cobre, (8) cobertura de cobre, (9) pilares, (10) junta, (11) suporte, (12) prensa parafuso, (13) disco de pressão. Retirado da Ref. [46].

Othman e Hepburn [44] analisaram o fenômeno de relaxação de tensões em borrachas sob tensão utilizando uma outra abordagem não convencional. A técnica consiste em se estender um CDP fino que permanece sob deformação

constante por meio de um suporte. A medição das tensões é feita indiretamente acoplando este suporte numa máquina de ensaios e aplicando uma leve força vertical como visto na Figura 2.14a. A força de reação do elastômero é calculada utilizando-se princípios trigonométricos simples e é uma função da força aplicada, do comprimento do CDP e da deflexão vertical, como exemplificado pelo esquema da Figura 2.14b. A principal vantagem desta metodologia é a possibilidade de se ensaiar diversos CDPs simultaneamente, uma vez que os suportes podem ser facilmente desacoplados da máquina de ensaios, mantendo-as sob deformação até o final do período de testes.

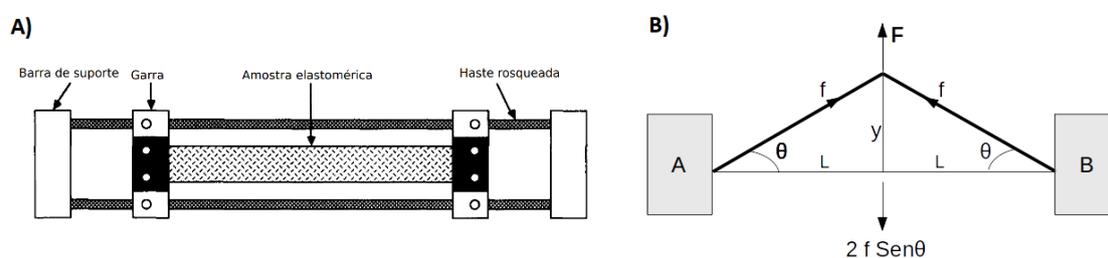


Figura 2.14 Equipamento de relaxação de tensões de Othman e Hepburn. a) vista superior do suporte b) esquema das forças que atuam sobre a amostra durante o ensaio. F é a força aplicada, y deflexão vertical, f força de reação do elastômero e $2L$ é o comprimento do CDP. Adaptado de Othman e Hepburn [44].

É possível notar que o desenvolvimento de técnicas e metodologias para o ensaio de relaxação de tensões é fortemente voltado para materiais elastoméricos. No entanto, materiais termoplásticos utilizados em diversas aplicações estruturais também estão sujeitos ao fenômeno de relaxação de tensões, consequentemente, a caracterização desta propriedade para esta classe de polímeros é fundamental no desenvolvimento de peças. Além disso, a maioria das metodologias e aparatos utilizados em elastômeros não se adequa a termoplásticos e termofixos. Portanto, é evidente a presença de uma lacuna científica e tecnológica, demonstrando a necessidade do desenvolvimento e aprimoramento de novas técnicas para a medição precisa da relaxação de tensões em todas as classes dos materiais poliméricos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

O material analisado neste trabalho é o Politetrafluoretileno (PTFE). O PTFE utilizado apresenta-se em forma granular, com granulometria média de $600 \mu\text{m}$ e uma porosidade aproximada de 60 %, considerando os vazios presentes no interior dos grânulos e os vazios intersticiais entre os grânulos. Este material é fornecido pela empresa Chemours™ sob o nome comercial de Teflon™ PTFE 807N X. Na Figura 3.1 são exibidos os grânulos do PTFE utilizado, seus formatos arredondados têm como objetivo aumentar a fluidez do material durante o preenchimento das cavidades do molde na etapa de prensagem.

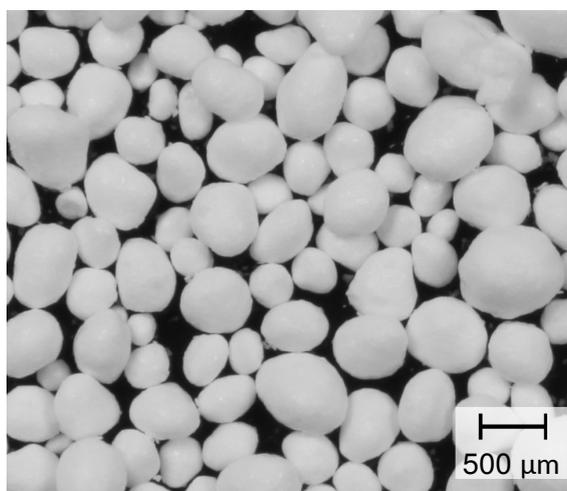


Figura 3.1 Fotografia de grânulos de PTFE (Teflon® 807-N X) como recebido da indústria [16].

3.2 Métodos

3.2.1 Produção dos corpos de prova

Os CDPs utilizados neste trabalho foram confeccionados adaptando a metodologia desenvolvida por Gamboni *et al.* [16], como apresentado na Figura 3.2.

Primeiramente, o PTFE em pó foi inserido em um molde flexível elastomérico de cavidade paralelepipedica e então introduzido em uma prensa isostática. Uma pressão inicial de 2 MPa foi aplicada sob o corpo de prova. A peça compactada foi retirada e posteriormente inserida novamente na prensa após a remoção do ar de dentro da cavidade do molde. Duas novas prensagens aplicando-se 10 e 35 MPa de pressão são realizadas, sob um intervalo de 24 h, permitindo a liberação gradual do ar aprisionado entre as partículas e grãos. A presença de ar aprisionado dentro do corpo de prova resulta em uma quantidade maior de defeitos. Portanto, a aplicação desta metodologia em etapas permite a produção de um compactado verde com menor porosidade ($\approx 1,4\%$) e conseqüente melhor resistência mecânica.

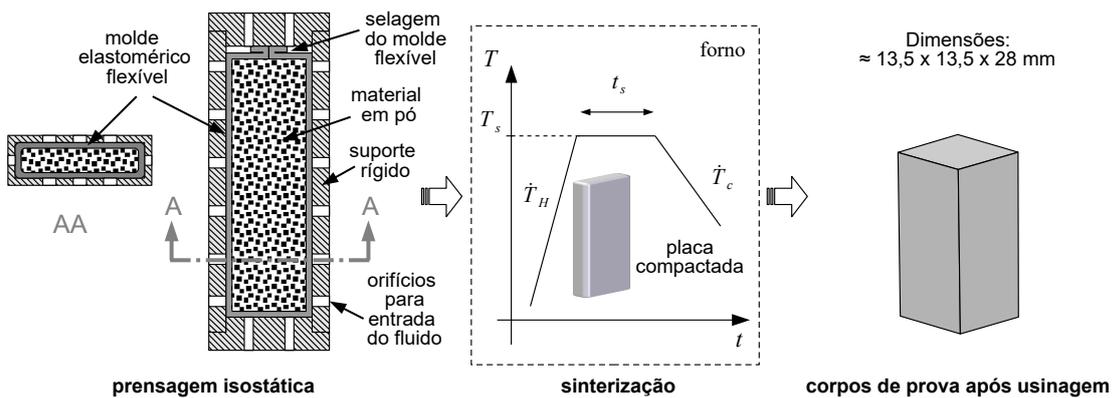


Figura 3.2 Esquema do processo de fabricação dos CDPs paralelepipedicos utilizados nos ensaios mecânicos.

Em seguida, para consolidar suas propriedades mecânicas finais, o material foi sinterizado a 375°C seguindo a metodologia estabelecida por Strabelli *et al.* [7]. O programa térmico de sinterização é apresentado na Figura 3.3 e consiste em etapas com diferentes taxas de aquecimento até o patamar final de 375°C que é estabelecido por 120 min. Posteriormente, o material é resfriado a temperatura ambiente em etapas utilizando diferentes taxas de resfriamento. Este procedimento tem por objetivo mitigar gradientes de temperatura na peça e a formação de defeitos e trincas.

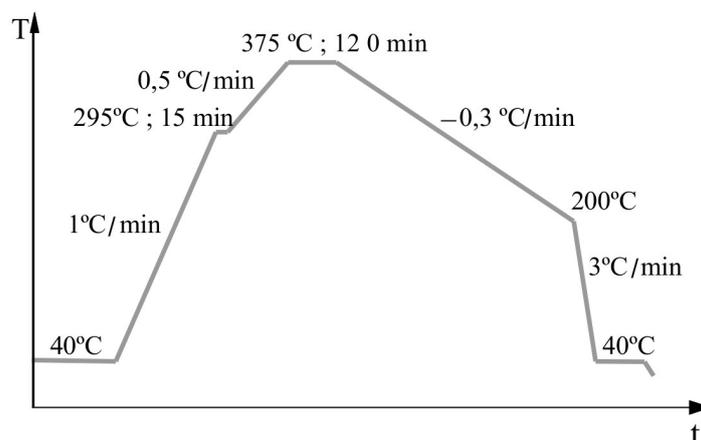


Figura 3.3 Esquema temperatura vs. tempo do programa de sinterização do PTFE [7]

Por fim, a peça polimérica obtida foi usinada até o seu formato paralelepípedo e dimensões finais ($\approx 13,5 \times 13,5 \times 28$ mm), como visto na Figura 3.2. Os CDPs foram inicialmente cortados em uma serra circular e então usinados em uma fresadora universal utilizando uma fresa de aço rápido. Além disso, é preciso ressaltar que um cuidado extra foi necessário durante a fixação do CDP polimérico na fresadora, uma vez que o material pode ser deformado até plastificar nesta etapa.

3.2.2 Ensaios cíclicos

Ensaios cíclicos de compressão simples foram elaborados com o objetivo de se caracterizar o limite elástico do PTFE, determinando a tensão de escoamento e parâmetros elásticos (módulo elástico e coeficiente de Poisson). Nestes ensaios, foram utilizados carregamentos máximos progressivos e um patamar de tensão residual desprezível após o descarregamento, no qual a força axial aplicada no CDP foi mantida com magnitude próxima de zero (10 N, equivalente a 0,05 MPa) por um período de tempo, possibilitando a recuperação da deformação elástica viscosa. O tempo de recuperação para cada ciclo foi determinado após a máquina de ensaios apresentar uma variação desprezível de deslocamento, o que levou de 1-5 h, valor que depende do nível de carregamento máximo aplicado em cada um dos ciclos.

Foram efetuados 10 ciclos com as seguintes tensões máximas aplicadas: 2 MPa; 3 MPa; 3,5 MPa; 4 MPa; 4,5 MPa; 5 MPa; 5,5 MPa; 6 MPa; 6,5 MPa e 7 MPa. O valor de tensão máxima do primeiro ciclo (2 MPa) foi escolhido com o objetivo de garantir que o material não sofresse deformação plástica e teve como base a observação da tensão de escoamento sob compressão retirada da literatura [15].

Os ensaios cíclicos foram realizados em uma máquina de ensaios, modelo MTS Bionix®, com atuador eletro-hidráulico, sob taxa de carregamento de aproximadamente $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Foram utilizados CDPs com formato de paralelepípedos de dimensões aproximadas de 13,5 mm x 13,5 mm x 28 mm.

3.2.3 Ensaios convencionais de relaxação de tensões

O modelo constitutivo foi identificado em ensaios de relaxação de tensões convencionais por meio de ensaios de compressão simples com um carregamento inicial monotônico e subsequente patamar de deformação constante (Figura 3.11-II, pág. 39). Três ensaios com diferentes níveis de deformação máxima aplicada foram efetuados. Além disso, os carregamentos máximos utilizados foram baseados nos resultados dos ensaios cíclicos realizados anteriormente, mantendo todos os ensaios dentro do regime viscoelástico do material.

Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios, modelo Instron 5544, com atuador eletromecânico, utilizando uma taxa de carregamento de $\approx 1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ e em três níveis diferentes de tensão máxima: 2, 3 e 4 MPa.

3.2.4 Correlação de imagens digitais

A técnica de correlação de imagens digitais (CID) foi utilizada para a obtenção do campo de deformações nas faces fotografadas dos CDPs. Com esta técnica, o campo de deslocamentos bidimensional na região de interesse do CDP é determinado por meio da comparação da posição de pixels de imagens sequenciais obtidas durante o ensaio. O campo de deformações é obtido por meio do gradiente do campo de deslocamentos. Os deslocamentos medidos pela técnica são expressos em pixels, portanto, a escala física da análise pode variar de μm a km

[49, 50], dependendo da magnificação e resolução do equipamento de aquisição de imagens.

O deslocamento dos pixels é identificado por meio de um mapeamento da imagem de referência e da imagem após uma ação externa, como uma deformação imposta por um atuador ou uma variação de temperatura. Considerando f como a imagem do estado de referência e g a imagem do estado deformado, ambas formadas por pixels com tons de cinza aleatoriamente distribuídos, \vec{x} sendo um vetor posição, a conservação dos níveis de cinza é descrita por [51]:

$$f(\vec{x}) = g(\vec{x} + \vec{u}(\vec{x})) \quad (3.1)$$

Assim, os níveis de tom de cinza em uma posição \vec{x} da imagem f estão localizados em uma posição $\vec{x} + \vec{u}(\vec{x})$ na imagem g , sendo $\vec{u}(\vec{x})$ o campo de deslocamentos. No entanto, a obtenção de imagens digitais sempre vem acompanhada de um ruído referente a vibrações ou leve mudanças de iluminação, por exemplo. Para lidar com este ruído, obtém-se a minimização da soma da diferença quadrática dos termos da Equação (3.1) [51, 52]:

$$\eta^2 = \sum_{ROI} [g(\vec{x} + \vec{u}(\vec{x})) - f(\vec{x})]^2 \quad (3.2)$$

Para se estimar o campo de deslocamentos, utiliza-se uma linearização aplicando uma expansão de Taylor de primeira ordem [51, 52]:

$$\eta^2 = \sum_{ROI} [g(\vec{x}) + \vec{u}(\vec{x}) \cdot \nabla f(\vec{x}) - f(\vec{x})]^2 \quad (3.3)$$

No entanto, esta minimização é um problema mal-posto pois cada pixel possui somente uma variável vinculada (seu nível de tom de cinza) [53]. Logo, a resolução do problema fica impossibilitada, uma vez que podem haver dois ou mais pixels que compartilham o mesmo nível de tom de cinza. Existem algumas estratégias para contornar este problema, como a discretização do domínio de análise. Assim, o campo de deslocamentos não é mais determinado pela mudança de posição de cada pixel na imagem, mas sim por meio do deslocamento de um conjunto de pixels dentro de um elemento [51, 54]. O campo de deslo-

campos pode então ser decomposto em função de um conjunto de campos $\vec{\psi}_n(\vec{x})$:

$$\vec{u}(\vec{x}) = \sum_N a_n \vec{\psi}_n(\vec{x}) \quad (3.4)$$

Onde a_n a amplitude do campo $\vec{\psi}_n$.

Neste caso, é usual utilizar funções $\vec{\psi}_n$ robustas, que são capazes de resolver a maioria dos problemas de engenharia. Portanto, uma estratégia interessante é a utilização de funções de forma de elementos finitos [54]. Analogamente às análises em elementos finitos, o campo de deslocamentos pode então ser determinado pelo sistema linear de equações:

$$[M]\delta\vec{a} = \vec{b} \quad (3.5)$$

Onde $\delta\vec{a}$ é o vetor referente aos incrementos dos deslocamentos nodais. A matriz $[M]$ e o vetor \vec{b} são descritos como [51, 54]:

$$\begin{aligned} M_{mn} &= \sum_{ROI} (\vec{\psi}_m \cdot \nabla f)(\vec{x})(\vec{\psi}_n \cdot \nabla f)(\vec{x}) \\ b_m &= \sum_{ROI} [f(\vec{x}) - g(\vec{x} + \vec{u}(\vec{x}))](\vec{\psi}_m \cdot \nabla f)(\vec{x}) \end{aligned} \quad (3.6)$$

Uma disposição aleatória de tons de cinza na superfície da amostra, chamada de mosqueado, é necessária para que haja uma distinção dos pontos na superfície do material e para a convergência dos cálculos. Portanto, quando a superfície do material é homogênea (i.e. $\nabla f = 0$), é necessário aplicar artificialmente uma pintura antes do ensaio, obtendo-se um contraste de tons de cinza.

A principal vantagem da técnica de CID consiste na aquisição de medidas de campos de deslocamento e deformação ao invés de medidas pontuais como em análises por extensômetros mecânicos ou ópticos. Além disso, por ser uma medida obtida diretamente da amostra, possíveis erros experimentais associados à flexibilidade da máquina de ensaios e dos dispositivos de ensaio são mitigados [55]. A precisão da técnica depende principalmente da qualidade óptica das imagens, podendo-se obter medidas de deformações na ordem de 10^{-5} [56].

Neste trabalho, as imagens foram obtidas com câmeras da marca Canon, modelo 5DS com 50,6 Megapixels. O contraste de tons de cinza (mosqueado) foi obtido aplicando-se um spray de tinta preta sob a superfície branca dos CDPs. Por fim, as imagens foram tratadas no software Correli™ 3.0 [57] determinando-se os campos de deslocamentos e deformações. As câmeras foram posicionadas a uma distância (grande) de aproximadamente 3,5 m do CDP, utilizando uma lente objetiva Canon Macro 180 mm e um extensor EF III 2x, com o objetivo de mitigar o efeito causado por deformações fora do plano que afetam os resultados obtidos pela CID. Isso será discutido com mais detalhes na Seção 4.2.2 (pág. 48).

3.2.5 Desenvolvimento de uma câmara térmica para controle da temperatura no CDP

Como apresentado na Seção 2.1 (pág. 5), o PTFE possui duas transições de fase em temperaturas próximas à temperatura ambiente. Estas transições podem interferir nos resultados dos ensaios por causarem mudanças estruturais e volumétricas na peça, além de serem facilmente atingidas durante um ensaio de longa duração, como demonstrado por Melo [58]. Portanto, uma câmara térmica foi desenvolvida pelo grupo de pesquisa com o objetivo de controlar a temperatura do ensaio em $25 \pm 0,5$ °C.

A câmara foi confeccionada em MDF (*medium density fireboard*) e revestida internamente com placas de poliestireno expandido (*isopor*). O seu sistema de controle de temperatura é constituído por quatro pastilhas de Peltier acopladas a trocadores de calor (dissipadores de alumínio e ventoinhas) em paralelo cujo controle de acionamento é feito por uma placa eletrônica de Arduino™. Três janelas foram confeccionadas na câmara térmica para permitir a aquisição de imagens e iluminação por lâmpadas de LED. A Figura 3.4 exhibe um esquema da câmara térmica utilizada neste trabalho.

O mecanismo de controle dos módulos de Potência (conjunto de pastilhas de Peltier e trocadores de calor) é do tipo PI e a variação de potência nas pastilhas é controlada através de PWM (*Pulse Width Modulation*) a uma frequência de operação 0,5 Hz, com o objetivo de evitar picos de corrente que podem danificar o

material das pastilhas. O código em Arduino™ utilizado para controlar os módulos de potência, bem como as especificações da câmara podem ser vistos no Apêndice 6.

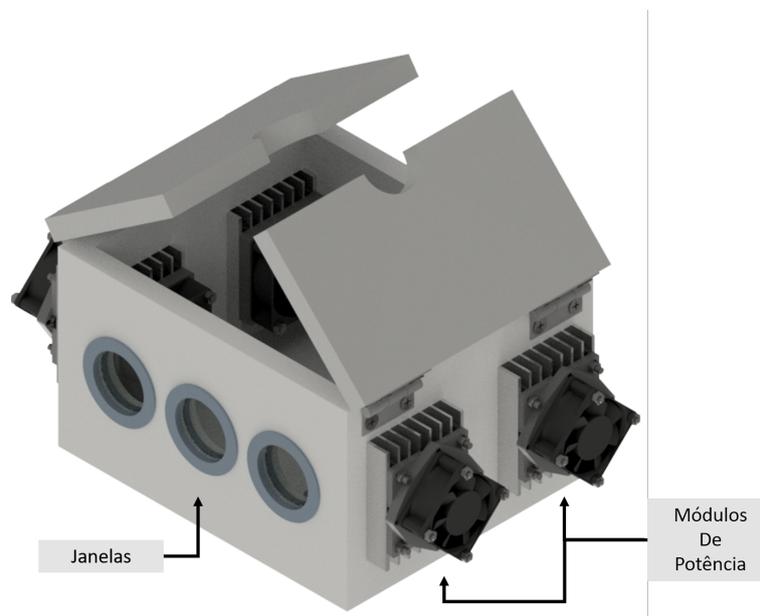


Figura 3.4 Esquema da câmara térmica confeccionada neste trabalho. A temperatura é mantida em $25 \pm 0,5$ °C por quatro placas de Peltier que são controladas por um sistema de Arduino™. Três janelas foram utilizadas para iluminação e aquisição de imagens do CDP

3.2.6 Análise em elementos finitos

Os ensaios de relaxação de tensões foram simulados pelo método dos elementos finitos no software ABAQUS™, com o intuito de se obter os parâmetros de um modelo constitutivo viscoelástico do PTFE. O modelo em elementos finitos consistiu de somente um elemento do tipo C3D8R (contínuo, tridimensional com oito nós e integração reduzida), devido à homogeneidade do estado de tensões imposto pelo ensaio. Os carregamentos impostos no corpo de prova foram representados por um deslocamento prescrito na face superior do elemento e deslocamentos verticais nulos na sua face inferior. Estes deslocamentos prescritos são referentes à média de deslocamentos nos nós superiores e inferiores da borda do corpo de prova obtidos pela técnica de CID, em cada foto retirada durante o ensaio. Para se evitar movimento de corpo rígido, um nó de um vértice inferior teve também os deslocamentos horizontais restritos. A análise foi

conduzida com um step do tipo *visco* com um tempo referente ao tempo de ensaio ($\approx 4 \times 10^5$ s) e uma tolerância do erro de deformação viscoelástica de 1×10^{-5} . As análises convergiram em um tempo médio de 2 minutos, utilizando o método padrão (Newton) do Abaqus para a solução das equações. Um desenho esquemático do modelo pode ser visto na Figura 3.5.

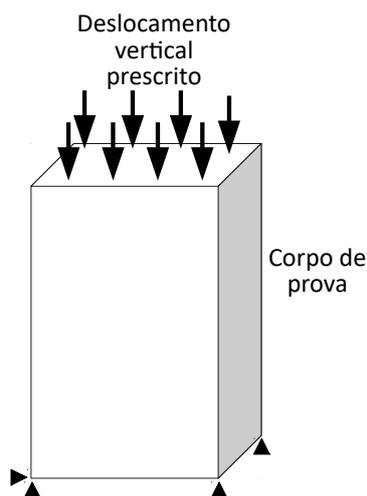


Figura 3.5 Desenho esquemático do modelo em elementos finitos utilizado nas análises de relaxação de tensões.

3.2.7 Identificação dos parâmetros do modelo constitutivo

Devido à complexidade do modelo viscoelástico utilizado neste trabalho, os parâmetros do modelo constitutivo do material foram identificados por meio de uma análise inversa. Com o auxílio do software Isight™ [59], o comportamento do material foi simulado em elementos finitos e comparado com os dados experimentais. O fluxograma de otimização construído no software Isight™ pode ser visto na Figura 3.6. Este software estabelece uma rotina de automatização que permite a realização de diversas simulações computacionais variando-se os parâmetros do modelo constitutivo e comparando os resultados da simulação com as curvas experimentais (*Data matching* na Figura 3.6), até que uma convergência satisfatória seja atingida. A variação dos parâmetros em cada iteração é realizada seguindo um algoritmo de otimização implementado no programa. O algoritmo do tipo *Pointer* [59] foi utilizado na análise. Este algoritmo gerencia quatro métodos de otimização complementares e os aplica de maneira híbrida ao

longo da análise, ou seja, ao longo do procedimento de otimização, o algoritmo escolhe quais métodos são mais adequados para a solução do problema.

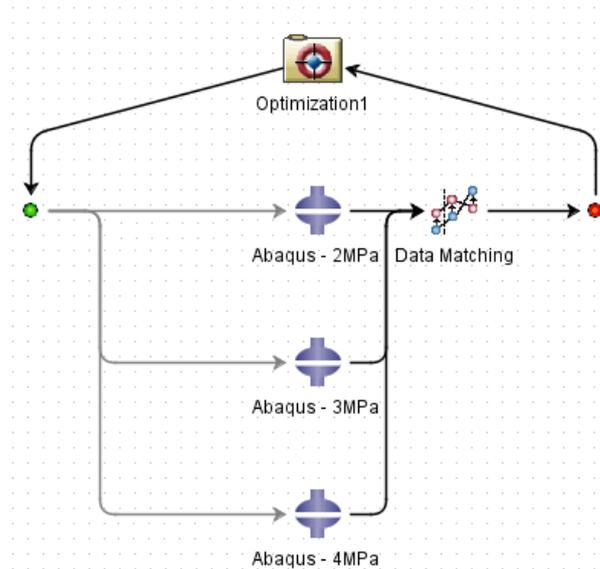


Figura 3.6 Fluxograma de otimização utilizado pelo software Isight™ para a realização da identificação dos parâmetros do modelo constitutivo. O Software estabelece uma rotina de otimização iterativa onde um algoritmo de otimização varia os parâmetros do modelo de material utilizado nas simulações e compara os resultados obtidos virtualmente com as curvas experimentais até que uma convergência satisfatória seja atingida.

As opções utilizadas para a configuração do algoritmo de otimização e o intervalo de variação dos parâmetros do modelo constitutivo se encontram na Figura 3.7. Os valores iniciais e intervalos de domínio (Upper e Lower bound na Figura 3.7B) de cada parâmetro do modelo foram determinados por meio de análises preliminares. As variáveis de comparação entre os dados experimentais e simulados foram estabelecidas como a minimização do quadrado da diferença entre as curvas e a diferença entre o valor máximo de força. Além disso, para as análises possuírem um sentido físico, a soma da rigidez das redes viscoelásticas (parâmetro SRatio no modelo constitutivo) não pode ultrapassar 1, portanto isso foi utilizado como uma condição de execução das simulações.

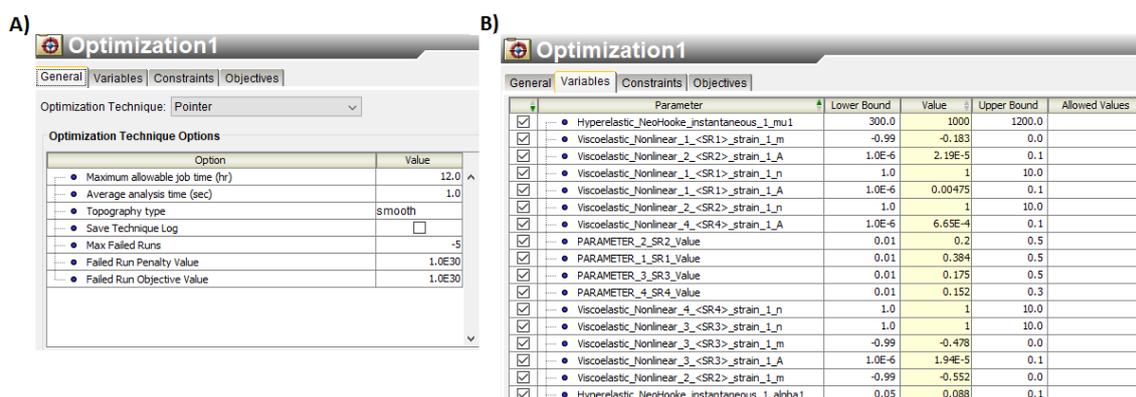


Figura 3.7 A) Opções utilizadas na configuração do algoritmo de otimização Pointer nas análises do software Isight B) Parâmetros do modelo constitutivo utilizados como variáveis durante as análises de otimização

3.2.8 Simulação do Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF)

O Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo foi desenvolvido por Melo [2, 58] com o intuito de diminuir os custos de obtenção de dados de relaxação de tensões em polímeros e proporcionar um uso mais eficiente dos equipamentos em um laboratório. O aparato experimental consiste em três partes principais: um eixo metálico com uma extremidade cônica, um CDP com formato de um disco com furo centrado e um suporte, como foi apresentado na Figura 1.1 (pág. 3).

A metodologia do ensaio consiste em diferentes etapas, descritas a seguir e ilustradas na Figura 3.8.

- Posicionamento do CDP sobre o suporte e inserção do eixo metálico no furo central do CDP pela sua extremidade cônica até que o contato entre as duas partes seja estabelecido;
- O eixo é então movido sob velocidade constante por um atuador e a força de reação é medida. Quando a extremidade cônica do eixo atravessa por completo o CDP, a força de reação no atuador atinge seu máximo, sendo agora utilizada para se estimar a tensão radial estabelecida na parede interna do CDP;
- O atuador continua a mover o eixo sob velocidade constante e mais medições contínuas são feitas, uma vez que a taxa de relaxação de tensões

nesta etapa inicial é elevada;

- D. Após um certo tempo, a velocidade de decaimento da tensão medida diminui e as medições podem ser feitas de maneira intermitente;
- E. Quando a taxa de decaimento se torna muito baixa, o dispositivo pode ser desacoplado da máquina de ensaios para uma medida futura, liberando a máquina de ensaios para outros usos.

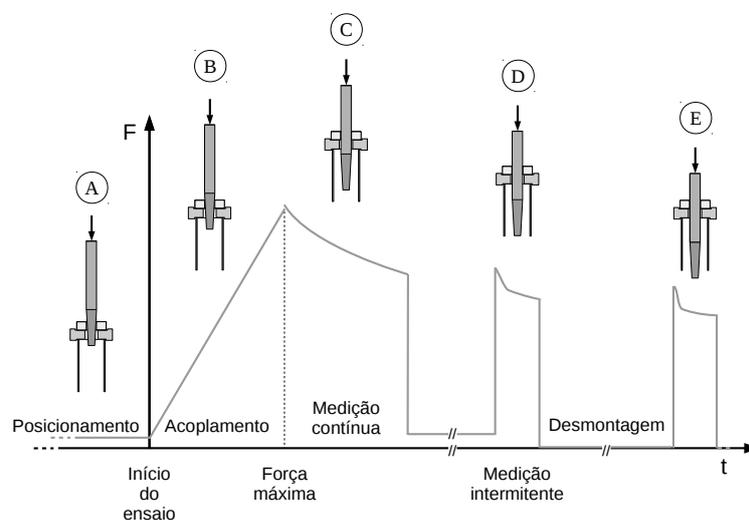


Figura 3.8 Etapas da execução do EAEF para a caracterização da relaxação de tensões em polímeros [2]

A força de reação medida pela máquina de ensaios corresponde à força de atrito entre o eixo e o CDP. Esta força de atrito está relacionada à tensão radial estabelecida entre a superfície interna do CDP e o eixo metálico. Portanto, o EAEF realiza uma medida indireta, porém confiável, do fenômeno de relaxação de tensões entre o CDP e o eixo metálico.

É necessário destacar que o EAEF impõe um estado de tensões multiaxial no corpo de prova, com o surgimento de tensões circunferenciais trativas e tensões radiais compressivas, como pode ser visto no esquema apresentado na Figura 3.9. Além disso, é possível observar que ocorre uma distribuição de intensidade das tensões ao longo da espessura do corpo de prova, uma vez que a superfície interna do CDP é mais solicitada que a superfície externa.

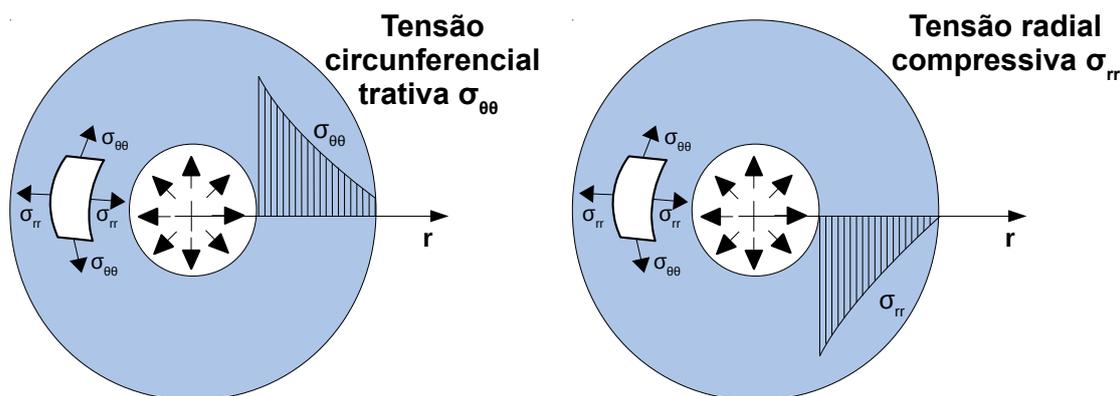


Figura 3.9 Esquema que representa o estado de tensões imposto sobre o corpo de prova durante o EAEF

O ensaio foi simulado utilizando o método dos elementos finitos (MEF) no software ABAQUS™. Um modelo axissimétrico do ensaio foi construído baseando-se no trabalho de Melo [2], um desenho esquemático deste pode ser visto na Figura 3.10. Elementos do tipo CAX4R (contínuos, axissimétricos com quatro nós e integração reduzida) foram usados na construção da malha de elementos finitos. O eixo e o suporte metálico foram considerados como superfícies analíticas rígidas. Uma vez que a rigidez destes materiais é muito maior que a do PTFE, considera-se que os mesmos não se deformam durante a análise. A entrada dos parâmetros do modelo PRF não pode ser feita por meio da plataforma CAE do Abaqus, tendo que ser inserida modificando-se o arquivo de input, seguindo a metodologia descrita na documentação do programa[34]. Foi utilizado um *step* do tipo *visco* com uma tolerância de 1×10^{-5} para o erro de deformação viscoelástica. Uma interação de contato do tipo superfície-superfície entre o CDP e o apoio e entre o CDP e o eixo metálico foi estabelecida, utilizando num coeficiente de atrito único de 0,0108, estabelecido por Melo em análises preliminares do EAEF [58]. Os deslocamentos verticais foram aplicados em um ponto de referência no eixo metálico, simulando a transmissão do movimento dos atuadores no ensaio. Os deslocamentos e as dimensões do eixo e do CDP foram obtidos diretamente dos dados experimentais efetuados por Melo [2]. As análises convergiram em um tempo médio de 45 minutos, utilizando o método padrão (Newton) do Abaqus para a solução das equações.

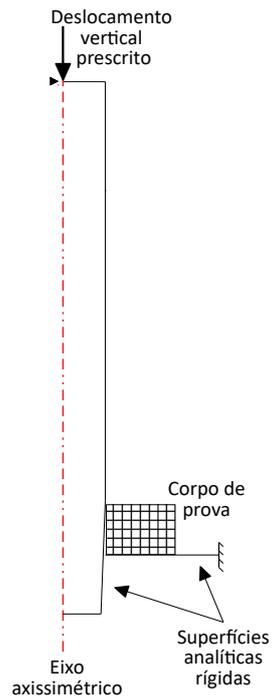


Figura 3.10 Desenho esquemático do modelo em elementos finitos do EAEF utilizado neste trabalho. Adaptado de [2].

3.2.9 Fluxograma de trabalho

Na Figura 3.11 é apresentado um esquema dos ensaios executados durante a realização deste trabalho.

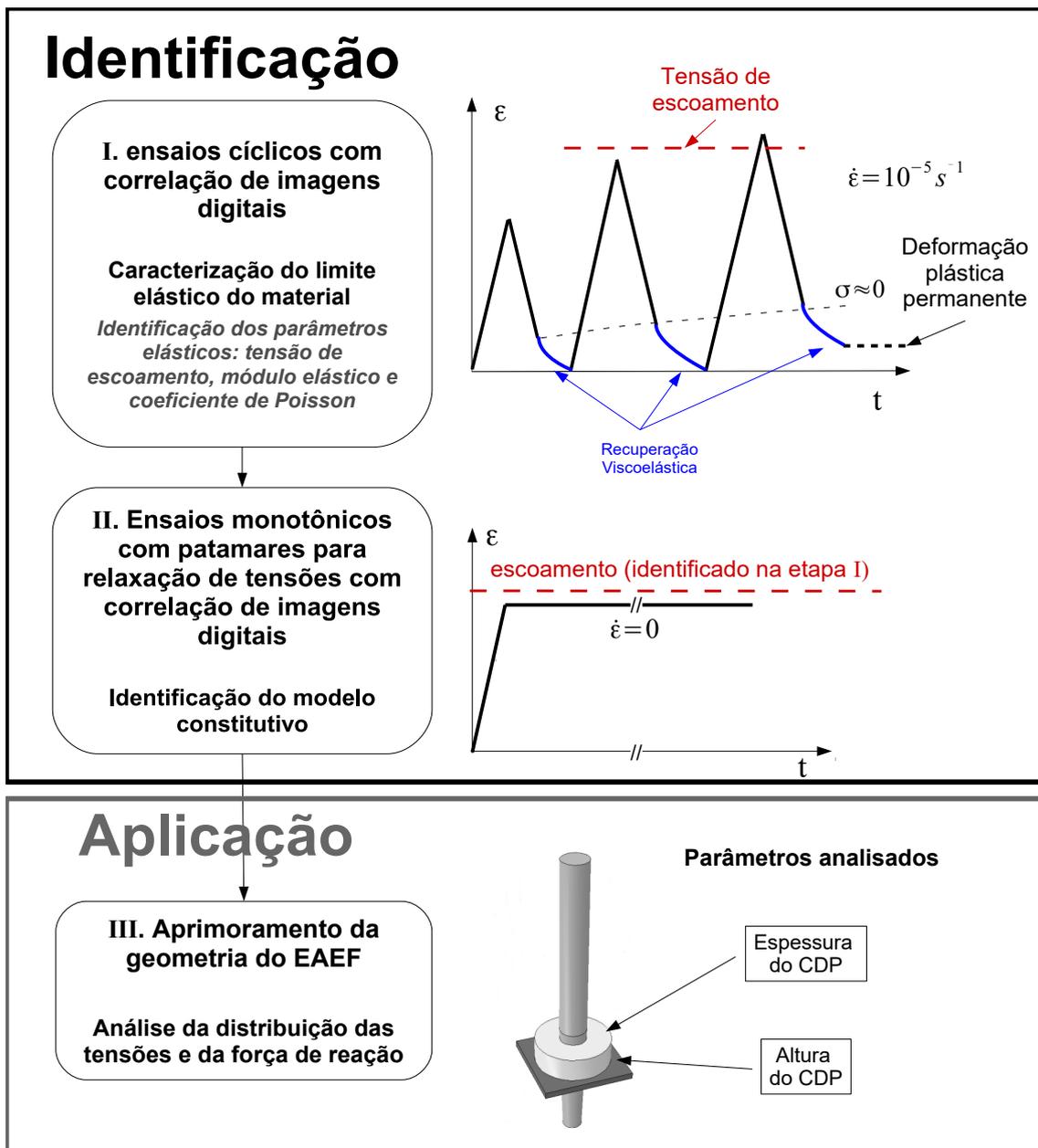


Figura 3.11 Fluxograma do procedimento de identificação do modelo constitutivo e sua aplicação na análise computacional do EAEF, visando o aprimoramento da geometria do CDP utilizado no ensaio.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este trabalho tem como aplicação o aprimoramento de um ensaio proposto por Melo *et al.*, publicado na revista *Polymer Testing* [58], que trata do desenvolvimento preliminar do Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo. A primeira parte deste trabalho de mestrado contribuiu com este artigo e consistiu na identificação preliminar de um modelo constitutivo viscoelástico do PTFE para o ensaio de relaxação de tensões. O artigo, em inglês, se encontra na referência [58].

4.1 Identificação preliminar do modelo constitutivo

O trabalho de Melo [2], que serviu de base para este estudo, investigou o EAEF utilizando três diferentes configurações do ensaio onde o diâmetro interno do CDP era o parâmetro variável, produzindo três diferentes condições onde o polímero sofria três diferentes níveis de deformação máxima induzidas pelos três graus de interferência dos acoplamentos. O modelo de Maxwell generalizado foi escolhido como modelo constitutivo para simular o comportamento de relaxação de tensões do PTFE. No entanto, o trabalho evidencia que o modelo só foi adequado para um dos três ensaios realizados, como pode ser visto na Figura 4.1, e o autor indica que outros modelos mais complexos devem ser investigados. Um possível motivo para a discrepância entre os três ensaios é que o modelo de Maxwell generalizado representa o comportamento de viscoelasticidade linear, enquanto que o PTFE possui um comportamento viscoelástico não linear [60].

O comportamento viscoelástico linear é caracterizado por uma independência do módulo de relaxação em relação ao nível de carregamento. Ou seja, a natureza do comportamento viscoelástico pode ser evidenciada por meio de uma observação do desvio entre as curvas de decaimento da tensão, em diferentes níveis de deformação máxima, de ensaios de relaxação do material ou analogamente por meio da diferença entre as curvas de ensaios de fluência. Se o material possuir um desvio constante entre as curvas, o seu comporta-

mento é viscoelástico linear, se este desvio for variável, o comportamento é não linear [60–62]. Portanto, ao analisar os dados exibidos na Figura 4.1 referentes aos ensaios de Melo [2], é possível notar que a evolução do módulo de relaxação com o tempo é dependente do nível de carregamento inicial, caracterizando o comportamento viscoelástico não linear do PTFE.

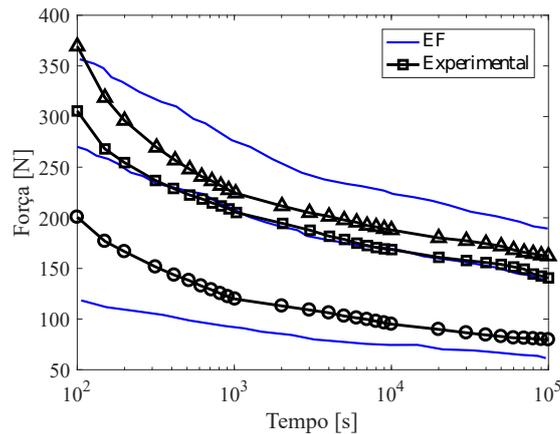


Figura 4.1 Três diferentes condições do EAEF, evidenciando a não correspondência do modelo de Maxwell generalizado. Adaptado de [2].

Com isso, o modelo *Parallel Rheological Framework* (PRF) foi escolhido para representar o comportamento do PTFE. O modelo PRF, como discutido na Seção 2.3.4 (pág. 19), é capaz de representar o comportamento viscoelástico não linear de polímeros, elastômeros e compósitos. A identificação preliminar deste modelo foi feita utilizando os dados experimentais do EAEF e de um ensaio de relaxação de tensões sob compressão simples. Os parâmetros do modelo constitutivo foram obtidos realizando-se uma análise inversa, onde os ensaios foram simulados e as curvas de força vs. tempo obtidas pela simulação foram comparadas com os dados experimentais, seguindo a metodologia descrita na Seção 3.2.7 (pág. 33). Na Figura 4.2 é exibida uma comparação entre o modelo identificado e os ensaios experimentais efetuados, mais detalhes podem ser vistos na referência [58].

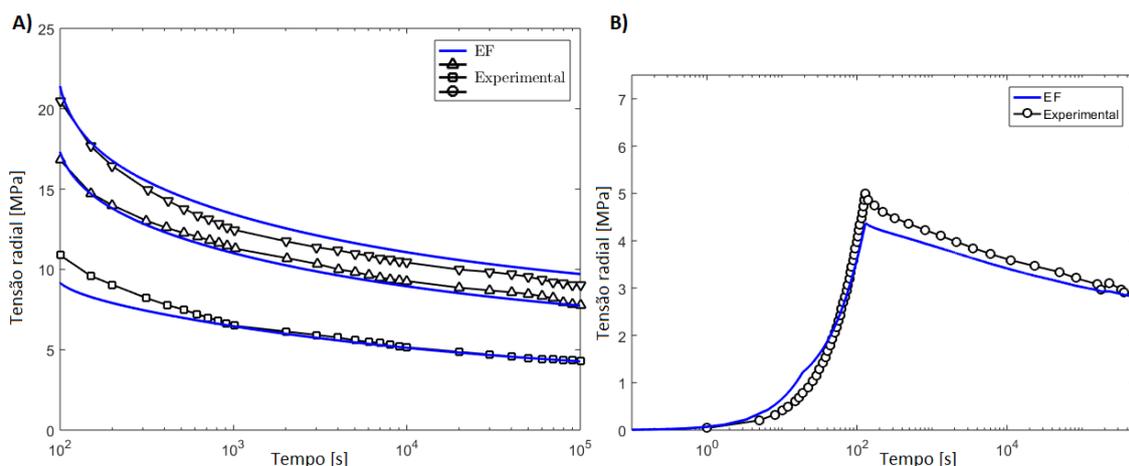


Figura 4.2 Comparação entre os dados experimentais e o modelo PRF preliminar identificado: A) Ensaio de acoplamento eixo-furo e B) Ensaio de relaxação sob compressão simples. Adaptado de [58].

É possível notar uma boa correspondência do modelo identificado com os dados experimentais do EAEF e do ensaio de compressão simples. No entanto, é possível que o material tenha sofrido plasticidade durante os ensaios, uma vez que as tensões radiais aplicadas nos CDPs são maiores que a tensão de escoamento observadas na literatura para o PTFE [63]. Isso pode causar uma discrepância deste modelo para ensaios que envolvem tensões menores onde o material se encontra somente no regime elástico (ou viscoelástico) de deformações.

Portanto, para que os parâmetros do modelo sejam verificados e otimizados, uma caracterização do regime elástico do PTFE, e do seu limite (escoamento), se fazem necessárias. No entanto, esta caracterização não é trivial, uma vez que o PTFE possui um comportamento não linear mesmo no regime elástico sob baixas deformações, como será visto na Seção 4.2.1 (pág. 44). Sendo assim, uma metodologia foi desenvolvida para a determinação da tensão limite (escoamento) do PTFE, que envolve a realização de ensaios cíclicos descritos na Seção 3.2.2 (pág. 27).

4.2 Determinação da tensão de escoamento e dos parâmetros elásticos do PTFE

4.2.1 Ensaios de compressão uniaxial cíclicos

A identificação da tensão de escoamento em materiais é, convencionalmente, feita de maneira simplificada, por meio da observação da curva de tensão vs. deformação. Esta abordagem é conveniente quando o material possui um comportamento distinguível (linear e não linear) entre os regimes elástico e plástico, como no caso de alguns metais em temperatura ambiente. No entanto, alguns polímeros possuem um comportamento não linear mesmo no regime elástico sob baixas deformações [1, 61]. Portanto, a identificação de forma precisa da tensão de escoamento destes materiais poliméricos requer a utilização de outras técnicas, que levam em consideração suas propriedades viscoelásticas de relaxação e recuperação. A deformação em materiais poliméricos termoplásticos sob uma ação de carregamento consiste na soma de três parcelas, seguindo a Equação 4.1. Uma parcela elástica devido ao estiramento das ligações químicas dentro da cadeia (ε_i), esta deformação é recuperada instantaneamente após o descarregamento. Uma outra parcela elástica devido à rotação dos segmentos das cadeias e rearranjo das ligações intermoleculares (ε_v), esta deformação é recuperada após um certo tempo e depende da temperatura do material. E, finalmente, uma deformação plástica que ocorre devido aos deslizamentos relativos irreversíveis entre as cadeias poliméricas (ε_p), esta deformação não é recuperada [1, 61],

$$\varepsilon_{total} = \varepsilon_i + \varepsilon_v + \varepsilon_p \quad (4.1)$$

sendo ε_i a deformação instantânea, ε_v a deformação viscosa¹ e ε_p a deformação plástica.

Assim, a identificação da tensão de escoamento pode ser feita ao se realizar ensaios cíclicos com um patamar de tensão residual desprezível após o carregamento, no qual o polímero pode recuperar livremente toda a deformação elástica (instantânea e viscosa). A observação de uma deformação residual, não recuperada após um longo período, é o indicativo de que a tensão de escoamento do material foi atingida no carregamento precedente. Portanto, dez ensaios cíclicos foram realizados seguindo a metodologia descrita na Seção 3.2.2 (pág. 27), utilizando a técnica de correlação de imagens digitais para a medição das deformações do CDP.

Antes do carregamento foram capturadas 10 fotos de referência em cada ensaio (ciclo) com o objetivo de estimar o ruído do sinal inerente ao experimento, referente a vibrações do sistema ou mudanças na iluminação. O limite estabelecido foi de 5×10^{-4} , portanto, qualquer deformação observada abaixo deste limite é considerada como erro experimental da técnica de CID e qualquer deformação acima foi considerada como deformação residual plástica. Destaca-se que a técnica de CID pode exibir uma melhor precisão, da ordem de 10^{-5} [56], porém a grande distância entre o CDP e o equipamento fotográfico necessária neste estudo (para mitigar as deformações parasitas devido ao movimento do plano de análise), não possibilitou uma qualidade melhor nas medidas via CID. Para ilustrar este problema, as imagens obtidas durante o ensaio possuem 4368×2928 pixels, no entanto a amostra ocupa uma região de apenas 1369×918 pixels em cada imagem.

Um gráfico de deformação residual vs. tensão máxima aplicada em cada ci-

¹Neste trabalho, o termo “deformação viscosa” assume o significado utilizado na modelagem mecânica de materiais e se refere a deformações que dependem do tempo de sollicitação.

clo é exposto na Figura 4.3a. Nota-se que primeiro nível de tensão onde ocorre deformação residual significativa é 5,5 MPa, portanto, considerou-se que o material entrou no regime plástico. Este ciclo é exibido em detalhe na Figura 4.3b. O tempo para a estabilização da recuperação deste ciclo foi de aproximadamente 90 minutos e, após este tempo, a deformação residual observada foi 7×10^{-4} , como exposto pela Figura 4.3c. Sendo assim, é possível inferir que a tensão de escoamento ($\sigma_{esc.}$) do material se encontra entre 5,0 e 5,5 MPa, nas condições ensaiadas (taxa de deformação 10^{-5} s^{-1} e temperatura $25 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$). Nota-se que a tensão de escoamento obtida é significativamente menor que a encontrada na literatura (cerca de 9 MPa para uma taxa de 10^{-4} [15]) para o PTFE, demonstrando a relevância da metodologia aplicada, uma vez que a utilização de uma tensão de escoamento superestimada poderia comprometer a modelagem mecânica do material e até mesmo o design de peças estruturais.

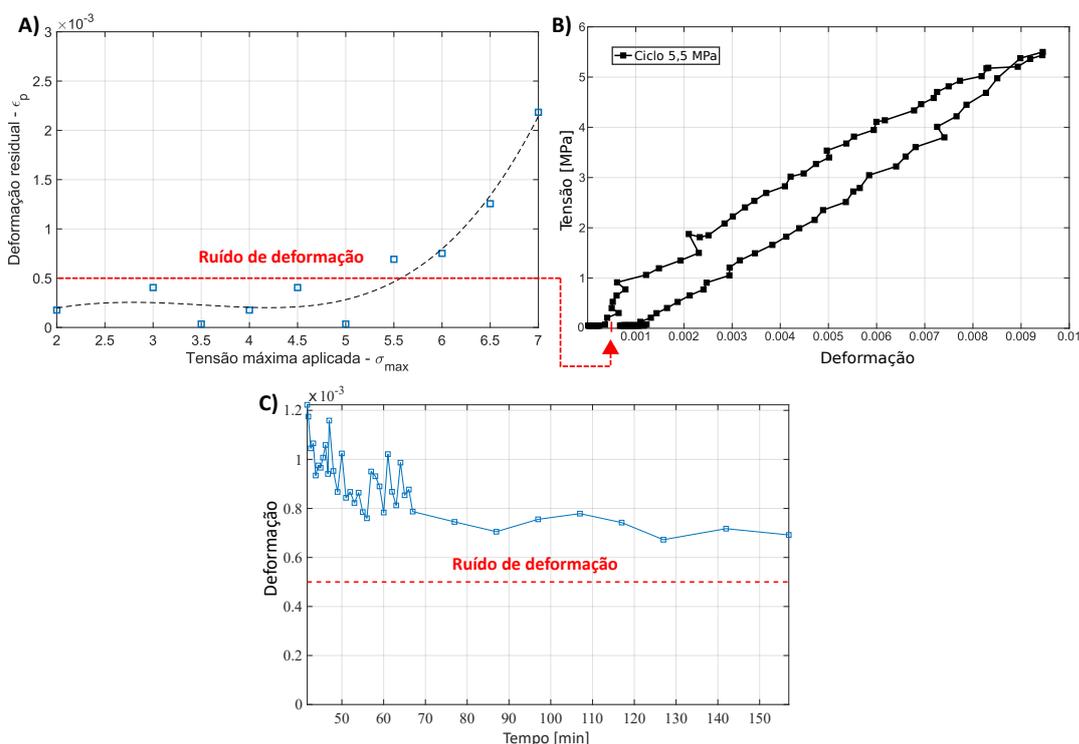


Figura 4.3 A) Deformação residual medida por CID para cada ciclo efetuado B) Gráfico de tensão vs. deformação do ciclo de 5,5 MPa, onde a primeira deformação residual foi observada acima do limite estabelecido pelo ruído da técnica de CID. C) Gráfico de deformação vs. tempo do patamar de recuperação, evidenciando o tempo de estabilização da recuperação viscosa.

O módulo elástico (E) do material foi definido por meio do coeficiente angular de uma aproximação linear da curva de tensão vs. deformação, considerando os dados de carregamento e descarregamento de todos os ciclos que não ultrapassaram o limite de escoamento do material. O valor obtido foi de 675 ± 23 MPa. Adicionalmente, como a técnica de correlação de imagens calcula o campo bidimensional de deformações, medindo as deformações longitudinais (ε_l) e transversais ($\varepsilon_{tr.}$) do CDP, a determinação do coeficiente de Poisson (ν) foi possível. Na Figura 4.4, um gráfico de deformação longitudinal vs. deformação transversal é ilustrado, onde o coeficiente angular de uma reta ajustada pelo método dos mínimos quadrados é definido como o coeficiente de Poisson, através da Equação 4.2. O valor obtido pela técnica foi de 0,46, que está de acordo com o valor observado na literatura. Os valores de E , ν e $\sigma_{esc.}$ são apresentados na Tabela 4.1.

$$\varepsilon_{tr.} = -\nu\varepsilon_l. \quad (4.2)$$

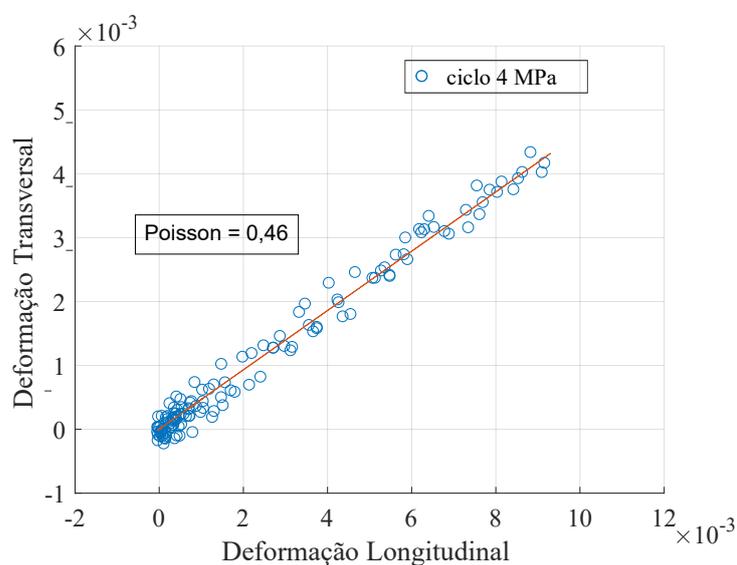


Figura 4.4 Gráfico de deformação longitudinal vs. deformação transversal obtido pela CID para o ciclo 4MPa. O coeficiente de Poisson é determinado pelo coeficiente angular de uma aproximação linear da curva.

Tabela 4.1 Propriedades do PTFE obtidas por meio do ensaios cíclicos auxiliados pela técnica de correlação de imagens digitais (CID).

Propriedade	E [MPa]	$\sigma_{esc.}$ [MPa]	ν
Valor	675 ± 23	5,0 - 5,5	0,46

As curvas de tensão vs. deformação de todos os ciclos efetuados se encontram no Apêndice 6, a partir da pág. 81.

Uma metodologia similar, chamada de "Strain Recovery Method", é descrita na literatura [64–72]. Nesta abordagem, diversos ensaios mecânicos a diferentes níveis de tensão acima do limite de escoamento do material são realizados e a deformação residual correspondente a cada ensaio é medida. Após diversas medidas, a tensão de escoamento é obtida por meio da extrapolação da curva de tensão máxima vs. deformação residual até um valor de tensão residual zero. As principais desvantagens deste método são, a necessidade do uso de diversos corpos de prova para a análise completa, o que gera maiores custos, além da dificuldade em garantir que todos os corpos de prova estejam na mesma condição microestrutural; e a utilização de extrapolações que podem introduzir erros numéricos na análise.

4.2.2 Deformação fora do plano

Os primeiros ensaios realizados com o auxílio da técnica de correlação de imagens digitais foram afetados pela deformação fora do plano. A deformação da peça na direção da câmera (fora do plano da imagem) amplifica as deformações (longitudinais e transversais) obtidas pela CID, prejudicando o cálculo do real campo de deslocamentos da peça. No caso do PTFE, este efeito é significativo devido ao seu alto valor de coeficiente de Poisson (0,46).

Este efeito é ilustrado por meio da análise do coeficiente de Poisson do material. Durante ensaios preliminares, uma câmera posicionada à 300 mm do CDP proporcionou um coeficiente maior que 0,5, sem sentido físico para este material isotrópico. Na Figura 4.5a os dados de deformação transversal vs. longitudinal

são traçados para um ciclo de carregamento-descarregamento e o coeficiente de Poisson obtido pela primeira análise de CID.

Existem várias abordagens para a correção deste problema, como a utilização de câmeras telecêntricas [73], realização de stereo-correlação de imagens digitais [51, 74] e o posicionamento da câmera à uma distância maior do CDP. Neste trabalho, optou-se pela última opção devido a uma maior simplicidade e disposição de equipamentos. O posicionamento da câmera a uma grande distância torna desprezível o efeito da deformação fora do plano, porém a resolução da imagem é prejudicada. Sendo assim, fez-se necessária a utilização de uma câmera de alta resolução (Canon 5DS - 50,6 megapixels) posicionada a 3,5 m para que o ensaio não fosse comprometido. A Figura 4.5b exibe o coeficiente de Poisson calculado pela análise com a câmera afastada evidenciando, por meio de um coeficiente de Poisson coerente com dados observados na literatura [4,63] (0,46), que o efeito causado pela deformação fora do plano foi corrigido.

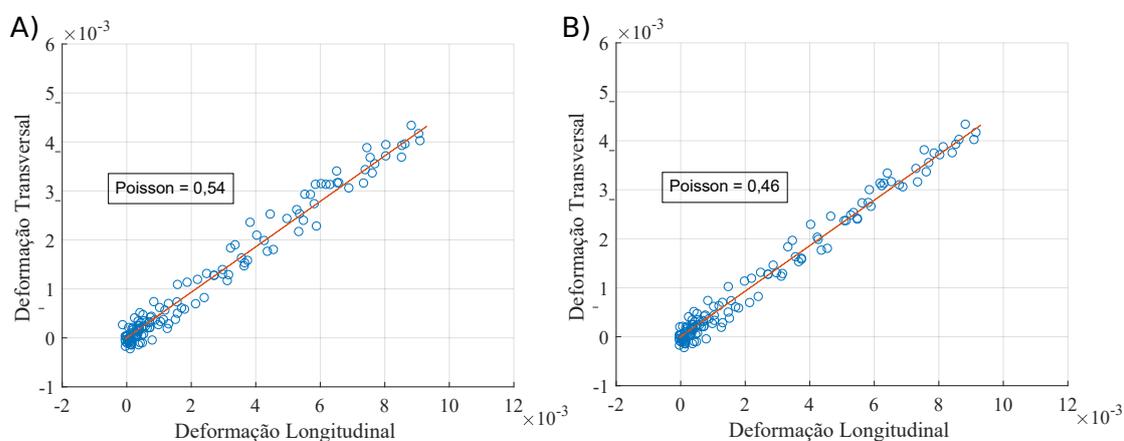


Figura 4.5 Deformação vs. longitudinal e ajuste das curvas para identificação do coeficiente de Poisson utilizando uma a) Câmera posicionada a 300 mm do CDP b) Câmera posicionada a $\approx 3,5$ m do CDP.

4.3 Ensaio de relaxação de tensões

Ensaio convencionais de relaxação de tensões sob compressão simples foram realizados seguindo a metodologia descrita na Seção 3.2.3 (pág. 28). Três ensaios com diferentes valores de tensão máxima (2, 3 e 4 MPa) foram efetuados, todos abaixo do limite de escoamento do material nas condições de ensaio

de $25 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ e $\dot{\epsilon} \approx 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Os resultados de tensão compressiva vs. tempo para os três ensaios são apresentados na Figura 4.6a.

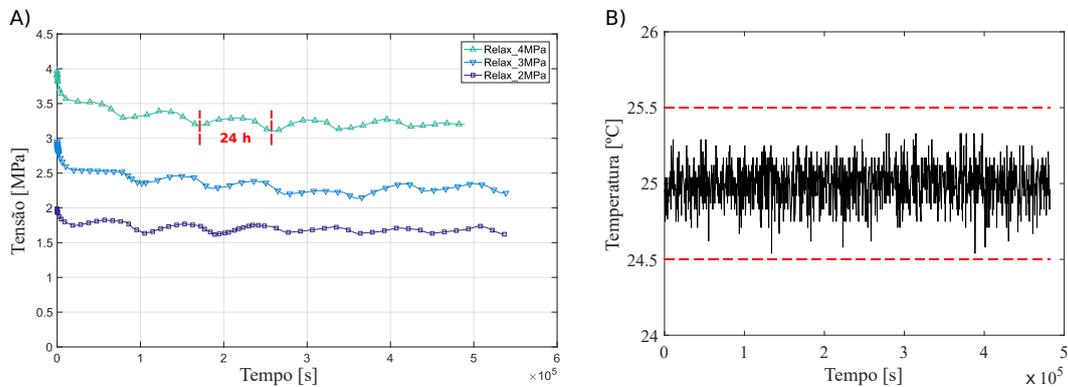


Figura 4.6 Ensaio de relaxação de tensões sob compressão simples em três níveis de tensão máxima aplicada A) Gráfico de tensão compressiva vs. tempo B) Temperatura medida ao longo dos ensaios.

A princípio, é possível notar um incomum padrão oscilatório nas curvas de relaxação de tensões, que não pode ser atribuído a variações consideráveis de temperatura no CDP. Estas foram medidas e são desprezíveis, conforme mostrado na Figura 4.6b, evidenciando a eficiência da câmara térmica construída. Uma hipótese considerada é a de que as variações de temperatura da sala tenham causado dilatações e contrações térmicas no sistema de ensaios, e que estas foram transmitidas para o CDP produzindo pequenos carregamentos e descarregamentos. Essa hipótese é corroborada pelo período de ≈ 24 horas das oscilações, indicando as variações periódicas da temperatura externa ambiente ao longo de um dia, como também observado por Melo [58].

Como visto na Figura 4.7a, o sistema de aquisição da máquina de ensaios não registrou variações consideráveis no deslocamento dos atuadores. Portanto, somente com os dados da máquina de ensaios, os ensaios estariam comprometidos. Uma solução seria controlar com mais precisão a temperatura da máquina de ensaios, mediante o controle da temperatura de toda a sala em que ela se insere. No entanto, por meio da técnica de CID, foi possível detectar deslocamentos cíclicos no CDP que são correspondentes às oscilações de força observadas no gráfico de relaxação de tensões, como pode ser visto na Figura 4.7b. Assim, foram utilizados os deslocamentos da aresta superior e inferior do CDP,

obtidos pela CID, como variáveis de entrada nas simulações em elementos finitos no software Abaqus, o que possibilitou a identificação do modelo mecânico viscoelástico do material. Um exemplo dos resultados obtidos pela técnica de CID podem ser vistos na Figura 4.8, onde o campo de deslocamentos e deformações referentes à foto 200 (≈ 2.5 dias de ensaio) do ensaio de 2 MPa podem ser vistos. Os nós da borda utilizados na análise dos deslocamentos se encontram destacados.

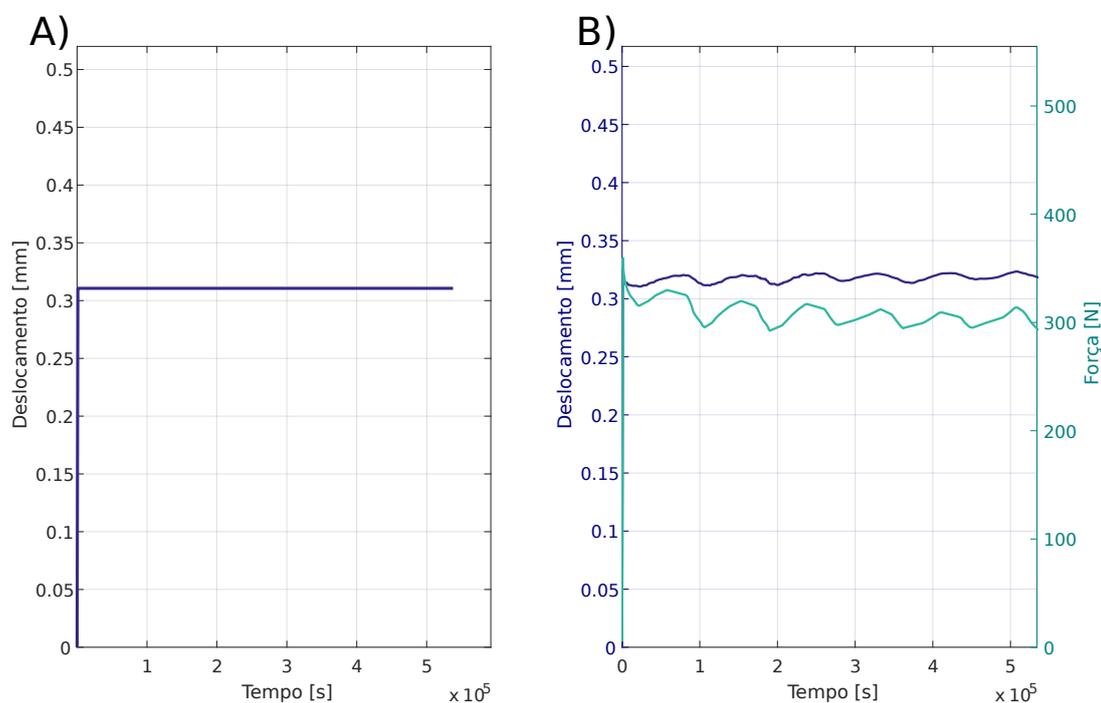


Figura 4.7 A) Gráfico de deslocamento vs. tempo obtidos pelo sistema de aquisição da máquina de ensaios B) Deslocamentos (variação do comprimento do CDP) vs. tempo obtidos via CID em comparação com a força medida pela máquina de ensaios. As variações no comprimento do CDP são resultantes da diferença entre os deslocamentos da aresta superior e inferior do CDP medidos via CID.

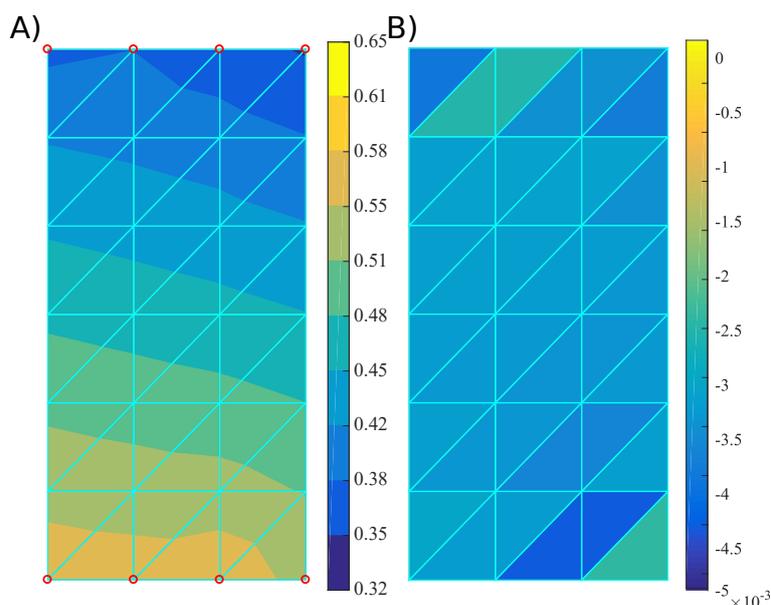


Figura 4.8 Resultados obtidos pela CID referentes à foto 200 (≈ 2.5 dias de ensaio) do ensaio de 2 MPa. A) Campo de deslocamentos, em milímetros. Os nós da borda utilizados na análise dos deslocamentos estão destacados B) Campo de deformações.

4.4 Identificação dos parâmetros do modelo constitutivo *Parallel Rheological Framework*

O modelo constitutivo utilizado para representar o comportamento mecânico viscoelástico não linear do PTFE foi o *Parallel Rheological Framework* (PRF). Os parâmetros do modelo constitutivo foram obtidos por meio do software Isight™, utilizando a metodologia descrita na seção 3.2.7 (pág.33), utilizando os dados dos ensaios de relaxação de tensões dentro do regime elástico do material. Por meio de uma avaliação empírica, foram definidas quatro redes viscoelásticas e uma rede de equilíbrio. A lei hiperelástica utilizada para expressar a parte elástica do modelo foi a *Neo-Hooke* e o comportamento viscoso foi expressado pela lei *Power-law strain hardening*, de acordo com trabalhos que abordam termoplásticos de engenharia analisados pelo modelo PRF [33, 37, 38]. Os parâmetros obtidos na análise de otimização podem ser vistos nas Tabelas 4.3 e 4.2.

Tabela 4.2 Parâmetros do modelo PRF referentes à resposta elástica regida pela lei *Neo-Hooke* identificados pela análise inversa.

C_{10} [MPa]	D1 [MPa ⁻¹]
300	$8,70 \cdot 10^{-2}$

Tabela 4.3 Parâmetros do modelo PRF referentes à resposta viscosa regida pela lei *Power-law strain hardening* identificados pela análise inversa.

Rede [-]	SRatio	A [MPa ⁻ⁿ s ^{m-1}]	n [-]	m [-]
1	0,384	$7,50 \cdot 10^{-3}$	1	-0,206
2	0,200	$2,31 \cdot 10^{-5}$	1	-0,565
3	0,175	$1,89 \cdot 10^{-5}$	10	-0,493
4	0,152	$3,53 \cdot 10^{-3}$	10	0

Na Figura 4.9 é exibido o resultado da aplicação do modelo PRF na simulação computacional em elementos finitos dos ensaios de relaxação de tensões sob compressão simples. O modelo escolhido foi capaz de exprimir o comportamento mecânico do material de maneira satisfatória para os três níveis de tensão máxima (2, 3 e 4 MPa). Portanto, a calibração dos parâmetros do modelo constitutivo via MEF e Isight™ foi uma estratégia eficiente, uma vez que o comportamento viscoelástico não linear de longa duração do PTFE é complexo e os parâmetros do modelo PRF não são acessíveis por meio de cálculos diretos.

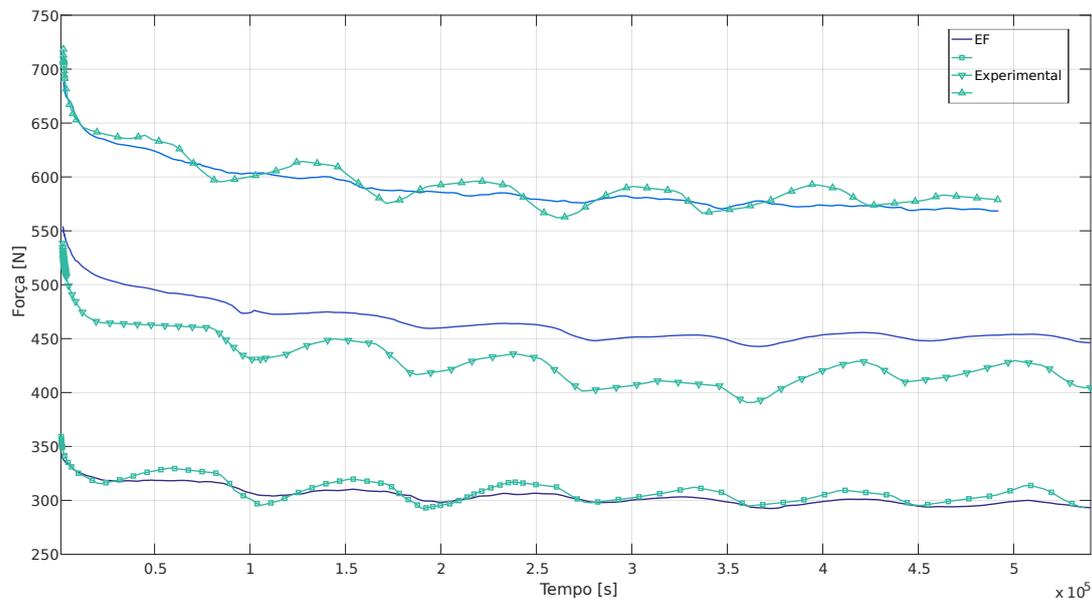


Figura 4.9 Comparação entre as curvas experimentais e o modelo de elementos finitos do ensaio de relaxação de tensões para três níveis de tensão aplicada (2, 3 e 4 MPa)

4.5 Estudo de caso: aprimoramento da geometria do EAEF

Com o modelo mecânico do material definido, foi possível simular, utilizando o método dos elementos finitos, o EAEF (descrito na Seção 3.2.8, pág. 35) em diversas configurações, com o objetivo de se obter uma geometria mais eficiente do ensaio. As simulações foram realizadas de maneira automatizada, usando-se um código em python, além disso, a malha utilizada em cada análise possui 400 elementos axissimétricos do tipo CAX4R.

O primeiro parâmetro geométrico avaliado foi a espessura do corpo de prova polimérico (diferença entre os raios externo e interno), em que diversas configurações, de 1 a 25 mm, foram analisadas. A tensão circunferencial interna (tensão média calculada nos nós situados no raio interno do CDP), externa (tensão média calculada nos nós situados no raio externo do CDP) e a razão entre elas para cada espessura analisada podem ser vistas na Figura 4.10a. É possível observar que, quanto mais fino o corpo de prova, mais homogênea é a distribuição das tensões circunferenciais ao longo do raio. No entanto, em espessuras extremamente finas (1-3 mm), observa-se a inversão das curvas das tensões interna e

externa. Este comportamento inusitado (não observado em análises de tubos de parede grossa) pode ser explicado pela não linearidade do modelo constitutivo utilizado. As tensões radiais e circunferenciais internas para cada espessura são exibidas na Figura 4.10b, a tensão radial externa não é exibida pois seu valor é nulo. Nota-se que, em espessuras menores, a tensão circunferencial possui maior magnitude em relação à tensão radial e a partir de 8 mm de espessura, ocorre uma inversão desse comportamento. Além disso, para a espessura de 8 mm, a tensão radial compressiva e circunferencial trativa possuem a mesma magnitude, indicando um estado de tensões de cisalhamento puro na superfície interna do CDP. Adicionalmente, uma comparação da evolução da tensão de von Mises ao longo do tempo entre duas diferentes espessuras de CDP (4 e 25 mm) pode ser vista na Figura 4.10c. Os valores de tensão estão normalizados para melhor visualização do comportamento. É possível observar que o CDP com menor espessura relaxa uma porção maior da tensão ao longo do período de análise. Portanto, em CDPs mais finos, uma maior parcela do material sofre o processo de relaxação, provavelmente devido ao estado de tensões mais homogêneo apresentado por esses. Portanto, é possível inferir que uma maior uniformidade da distribuição das tensões ao longo do corpo de prova é interessante pois significa que a resposta medida pelo ensaio é uma representação mais fidedigna do comportamento de relaxação de tensões do corpo de prova inteiro.

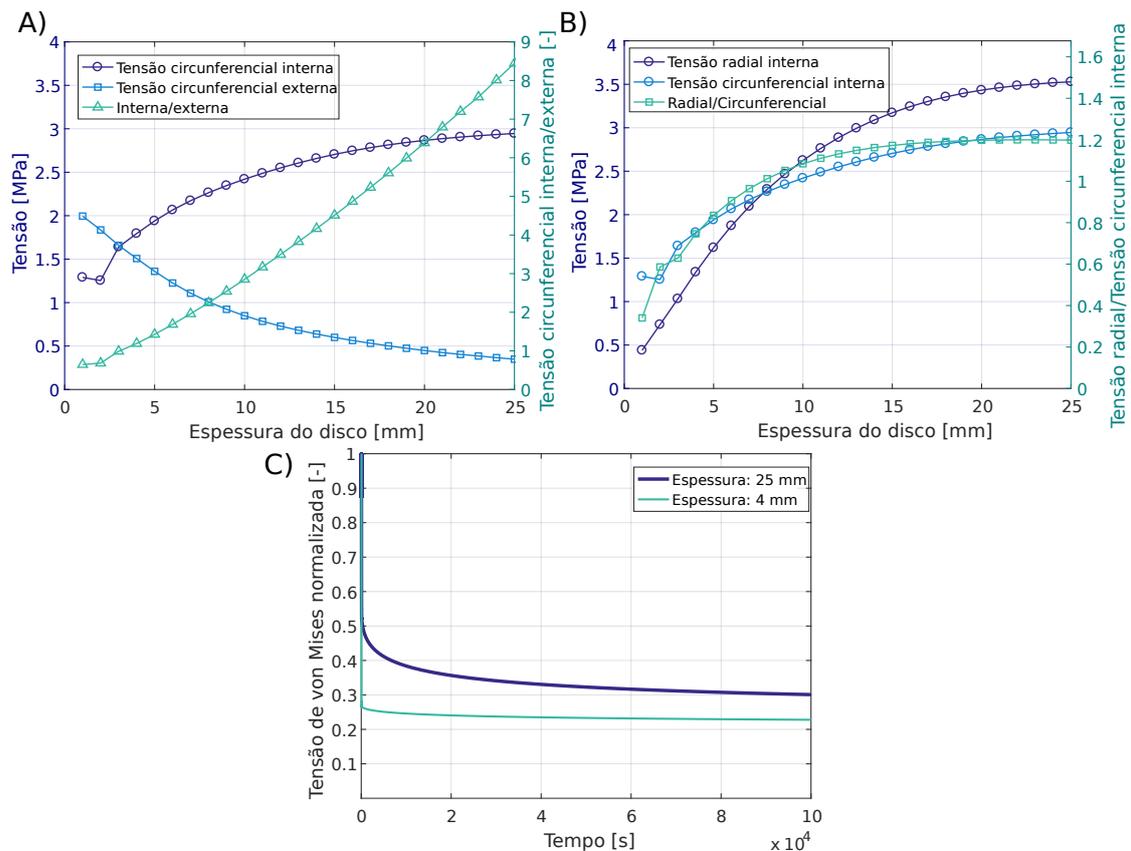


Figura 4.10 A) Gráfico de tensão circunferencial interna, externa e a razão entre elas para as diferentes espessuras de corpo de prova analisadas. B) Gráfico da tensões radiais e circunferenciais internas, e a razão entre elas C) Tensão de von Mises normalizada em função do tempo em CDPs de duas diferentes espessuras: 4 e 25 mm.

Além disso, é importante que as tensões impostas sob o corpo de prova não ultrapassem o regime elástico do material, uma vez que neste trabalho busca-se a identificação de um modelo viscoelástico. Portanto, adotou-se o critério de Drucker-Prager como critério de escoamento, uma vez que é conhecido que o PTFE (e a maioria dos materiais poliméricos sob temperatura ambiente) possui tensão de escoamento dependente de uma combinação das tensões normais e desviadoras. Este comportamento ocorre porque uma tensão normal média de compressão aproxima as cadeias poliméricas amplificando a intensidade das ligações intermoleculares, o que dificulta o deslizamento relativo entre elas [1, 14]. A superfície de plastificação de Drucker-Prager é definida pela equação 4.3 [75]:

$$F = q - p \tan(\beta) - d \quad (4.3)$$

sendo que β é o ângulo de atrito interno e d é a coesão. Os invariantes do tensor de tensões q e p , são, respectivamente, a tensão de von Mises e a tensão normal média, dados por:

$$q = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2]} \quad (4.4)$$

$$p = -\frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (4.5)$$

em que σ_1 , σ_2 e σ_3 são as tensões principais.

Pode-se, então, avaliar o comportamento do material no plano dos invariantes, por meio de um diagrama q vs. p , onde o ângulo de atrito interno (β) adotado foi de 20° . O valor deste parâmetro foi escolhido mediante o trabalho de Sciuti et al. [76] no qual o β encontrado para o PTFE foi de $10,8^\circ$ sob uma temperatura de -10°C , com um fator de segurança conservador, devido as diferentes condições de temperatura. Utilizando um β de 20° e a tensão de escoamento obtida neste trabalho por meio do ensaio de compressão simples (5 MPa), podemos traçar uma superfície de Drucker-Prager no diagrama q vs. p , como pode ser visto na Figura 4.11. Analisando o diagrama, observa-se que os corpos de prova com espessura igual ou maior que 9 mm tocam ou atravessam a superfície, sofrendo escoamento segundo o critério escolhido. Portanto, conclui-se que a espessura máxima (ou crítica) a ser considerada para este nível de interferência é de 8 mm.

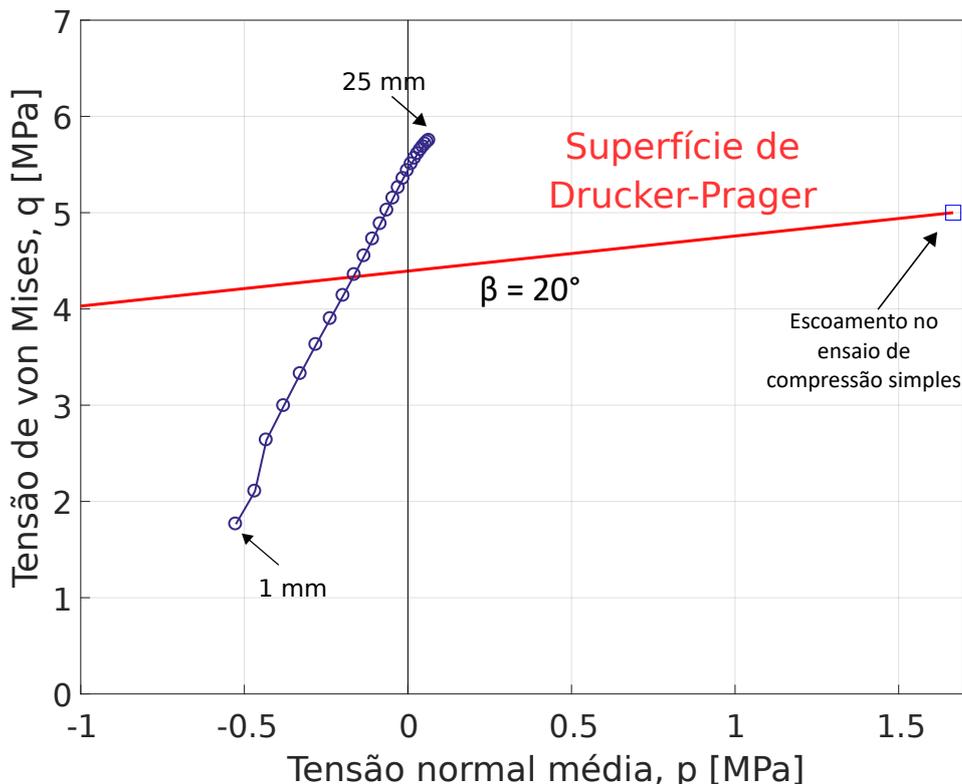


Figura 4.11 Diagrama dos invariantes q vs. p onde uma superfície de Drucker-Prager foi adotada como critério de escoamento do PTFE. Cada ponto é correspondente a uma espessura de CDP. Destaca-se que valores de p positivos representam uma tensão normal média de compressão.

A força de reação máxima medida na extremidade do eixo também foi analisada em função da espessura do CDP, como pode ser visto na Figura 4.12. Esta força é uma reação à força de atrito entre o corpo de prova e o eixo metálico. Nota-se que espessuras menores geram forças de reação menores, chegando a valores próximos de 20 N. Isto pode ocasionar problemas de precisão em células de carga de baixa sensibilidade, principalmente nos estágios finais do ensaio, onde a força de reação é ainda menor. Com base na análise dos resultados apresentados, é possível inferir que espessuras mais finas do corpo de prova são mais desejáveis por originar um estado de tensão mais homogêneo, no entanto, caso a espessura seja muito fina, as forças medidas durante o ensaio se tornam muito baixas podendo chegar no limite de aquisição de células de carga menos sensíveis. Além disso, CDPs extremamente finos (1-3 mm) são mais difíceis de se fabricar devido a problemas de fixação em um torno mecânico. Sendo assim,

de acordo com as geometrias analisadas nas simulações em EF, a espessura mais apropriada do corpo de prova é a de 4 mm.

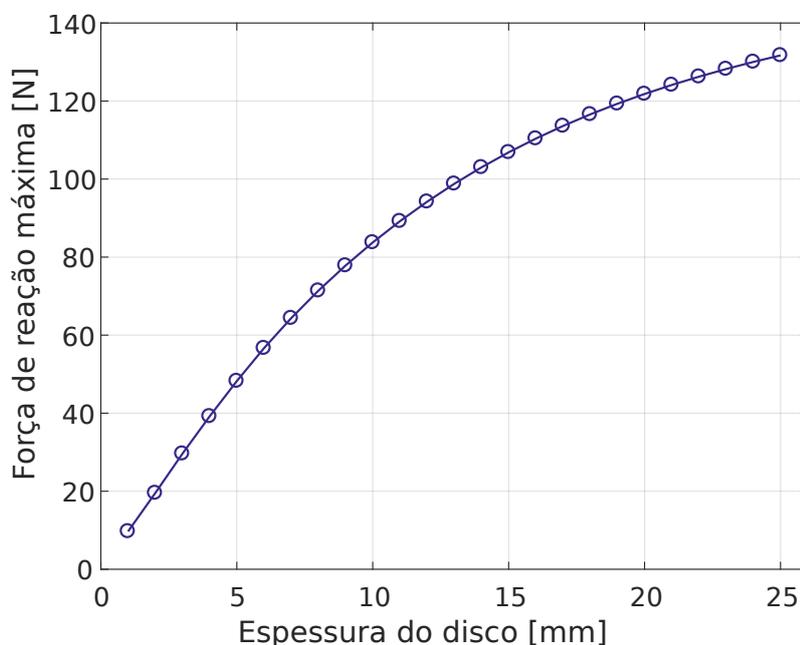


Figura 4.12 Força de reação máxima medida na ponta do eixo referente à força de atrito entre o CDP e o eixo metálico para cada espessura de CDP analisadas pelo MEF

Um outro parâmetro geométrico a ser considerado é a altura do CDP. Em um corpo de prova de 4 mm de espessura, foram simuladas 5 alturas diferentes: 10, 15, 20, 25 e 30 mm. As tensões circunferenciais internas e externas, bem como um diagrama dos invariantes q vs. p podem ser vistos na Figura 4.13. É possível observar que a altura variável não exerce influência significativa na distribuição das tensões ao longo da espessura do corpo de prova, mantendo o estado de tensões mais homogêneo observado para a espessura de 4 mm. Além disso, a variação da altura não alterou a amplitude das tensões no corpo de prova de maneira considerável, e as tensões máximas observadas no corpo de prova se mantiveram abaixo do limite de escoamento determinado pelo critério de Drucker-Prager.

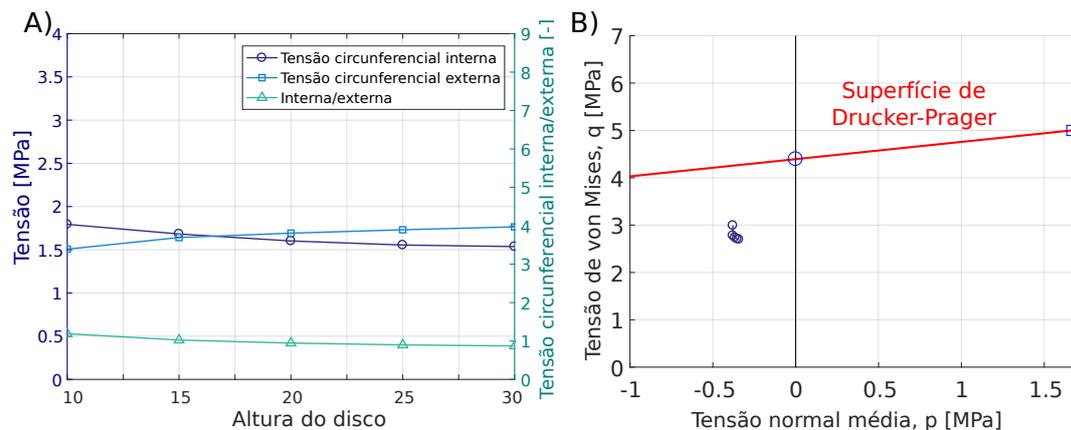


Figura 4.13 A) Gráfico de tensão circunferencial interna, externa e a razão entre elas para as diferentes alturas de corpo de prova analisadas. B) Diagrama dos invariantes q vs. p onde uma superfície de Drucker-Prager foi adotada como critério de resistência do PTFE. Cada ponto é corresponde a uma altura de CDP.

A análise da força de reação medida na extremidade do eixo também foi analisada em função da altura do CDP, como apresentado na Figura 4.14. Nota-se que a força de reação aumenta linearmente com a altura, devido ao aumento da área superficial dos corpos de prova, o que implica que a distribuição das tensões é uniforme ao longo da superfície interna do disco, como já observado por Melo [2, 58]. Isso é interessante pois é possível aumentar a precisão das medidas, possibilitando a realização do ensaio em equipamentos pouco sensíveis, sem comprometer a distribuição das tensões ao longo da espessura do corpo de prova. Portanto, a escolha da altura ideal é arbitrária e depende da configuração experimental disponível pelo pesquisador, pois uma altura excessivamente grande pode significar desperdício de material e maior dificuldade na manufatura do CDP. Neste caso, foi escolhida uma altura de 25 mm correspondente a uma força de reação máxima de 100 N, garantindo a utilização do material na máquina de ensaios disponível no departamento (Instron 5544 20kN) sem que haja grandes problemas com a sensibilidade da célula de carga.

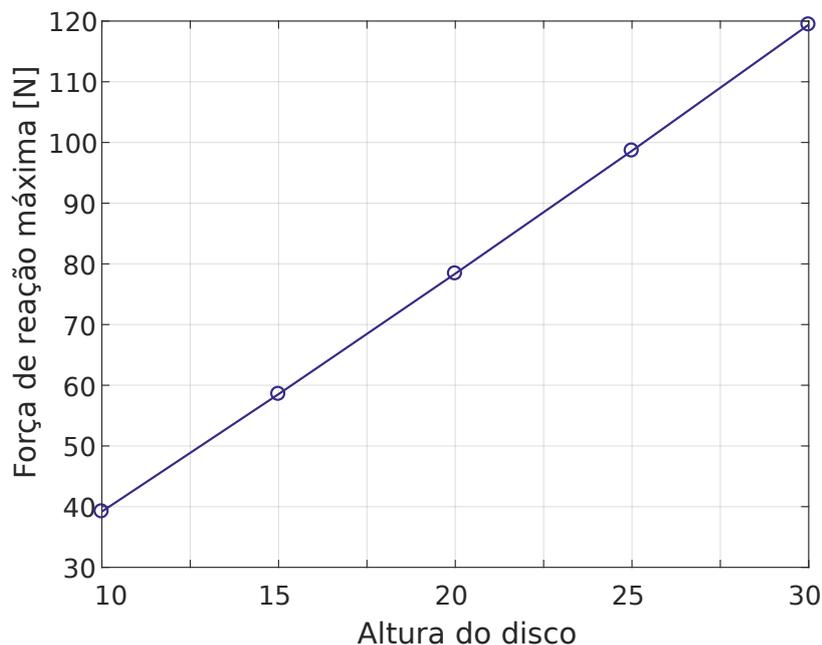


Figura 4.14 Força de reação máxima medida na extremidade do eixo referente à força de atrito entre o CDP e o eixo metálico para cada altura de CDP analisadas pelo MEF

A geometria aprimorada do CDP utilizado no EAEF foi determinada. O CDP aperfeiçoado possui um formato tubular com 4 mm de espessura e 25 mm de altura. De forma a exemplificar o EAEF para essa nova geometria, foi feita uma nova simulação numérica, utilizando uma malha mais refinada (com 600 elementos). Nesta simulação, o eixo metálico foi carregado de forma monotônica, onde o acoplamento total teve duração de 250 s. Após o acoplamento total o eixo continuou a ser movimentado continuamente até um tempo de 10^5 s. Os resultados da simulação numérica são mostrados na Figura 4.15, onde as tensões radial, circunferencial e de von Mises são observadas por todo o volume do CDP no instante final da simulação. Nota-se uma concentração das tensões nas extremidades (e no raio interno) do corpo de prova, provavelmente devido aos efeitos de borda associados ao acoplamento com o eixo. No entanto, as distribuições das tensões podem ser consideradas uniformes ao longo da maior parte da altura dos CDPs.

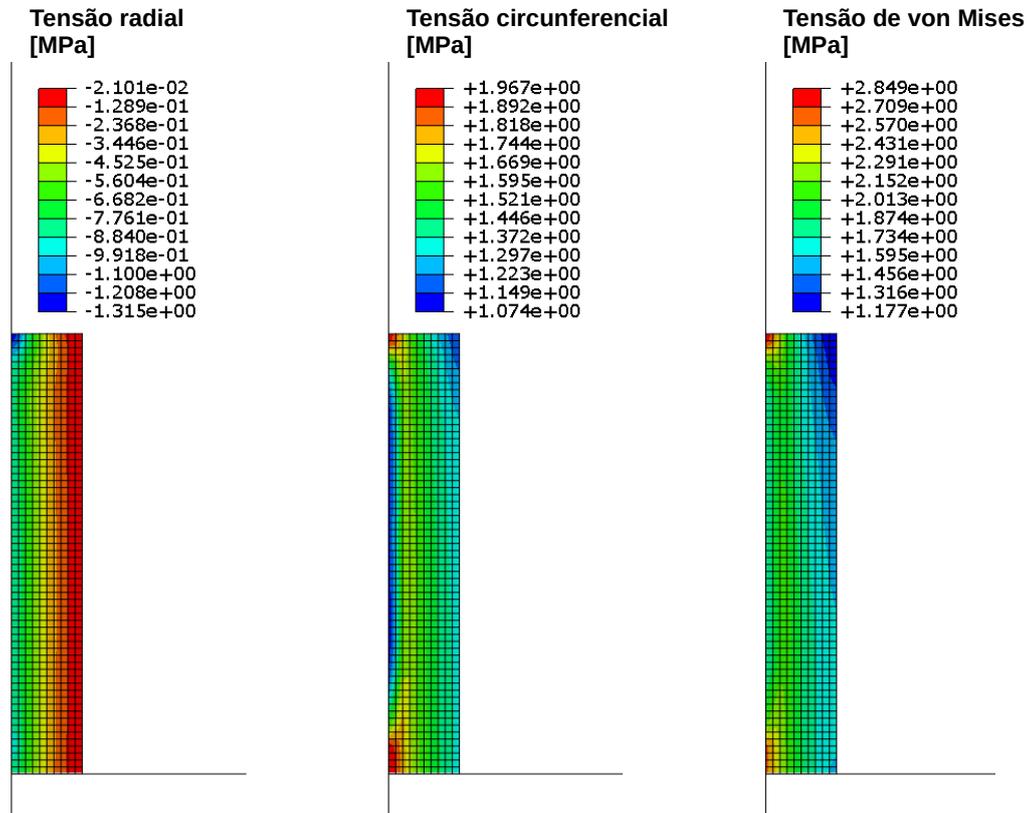


Figura 4.15 Modelo axissimétrico em elementos finitos da configuração aprimorada do CDP (4 mm de espessura e 25 mm de altura) no EAEF. A distribuição das tensões radiais, circunferenciais e de von Mises são exibidas.

Um gráfico da força de reação na extremidade do eixo metálico em função do tempo pode ser visto na Figura 4.16. É possível observar que a força de pico ocorre no instante do acoplamento total do CDP (250 s) e, após isso, ocorre a relaxação de tensões evidenciada pelo decaimento da força de reação ao longo do tempo.

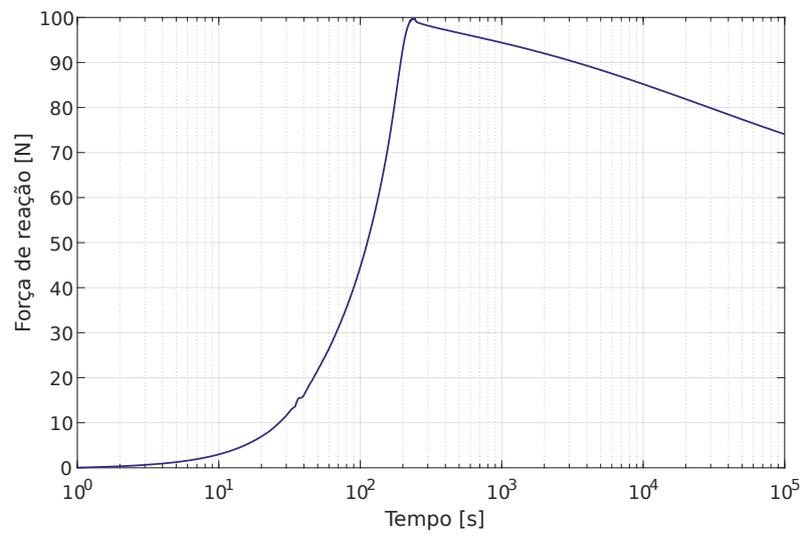


Figura 4.16 Gráfico da força de reação na extremidade do eixo vs. tempo da simulação numérica do EAEF para a configuração aprimorada do CDP (4 mm de espessura e 25 mm de altura).

5 CONCLUSÕES

A caracterização do comportamento viscoelástico do PTFE sob compressão uniaxial em temperatura ambiente foi realizada. As metodologias empregadas para a determinação das propriedades elásticas do material (tensão de escoamento, módulo elástico e coeficiente de Poisson) e para a caracterização do comportamento mecânico sob relaxação de tensões se mostraram adequadas e eficientes, mesmo com dificuldades relacionadas principalmente em relação às variações de temperatura no corpo de prova e também na sala de ensaios mecânicos, que foram contornadas de duas formas. A primeira forma foi a partir do desenvolvimento e uso de uma câmara térmica (de baixo custo) bastante eficiente em garantir a temperatura do CDP em $25 \pm 0,5$ °C, evitando transformações de fase que ocorrem neste material em temperaturas vizinhas à temperatura ambiente. A segunda forma foi a partir do emprego da técnica de Correlação de Imagens Digitais, que possibilitou a medição local das deformações médias do corpo de prova, mesmo quando o sistema de aquisição da máquina de ensaios não foi capaz devido às dilatações térmicas do sistema de ensaios.

O modelo viscoelástico Parallel Rheological Framework (PRF) identificado foi capaz de exprimir o comportamento de relaxação de tensões do PTFE de maneira satisfatória e possibilitou a análise computacional do Ensaio de Acoplamento Eixo-Furo (EAEF), permitindo o aprimoramento da configuração geométrica do ensaio. Por meio das simulações realizadas, concluiu-se que um corpo de prova mais fino e de maior altura, com formato semelhante a um tubo, é mais interessante para as análises do EAEF quando comparado ao formato de disco originalmente proposto. Esta geometria tubular resulta em uma distribuição mais homogênea das tensões ao longo da espessura do corpo de prova. Deste modo, este trabalho foi capaz de desenvolver o conhecimento acerca do EAEF e, por consequência, aperfeiçoar a metodologia deste ensaio que, apesar de ainda estar em aprimoramento, é bastante promissor.

6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Como continuação deste trabalho, sugere-se realizar diversos ensaios e análises com o objetivo de caracterizar o comportamento mecânico do PTFE de maneira mais completa, a partir da:

- execução dos ensaios mecânicos análogos aos realizados neste trabalho, porém sob regime de tração;
- realização de ensaios mecânicos (compressão e tração) em diferentes taxas de deformação, com o objetivo de refinar o modelo mecânico identificado;
- caracterização do comportamento mecânico e identificação de modelos constitutivos para o PTFE em diferentes temperaturas ao redor das transições de fase principais (19 e 31 °C);

Em um passo seguinte, sugere-se a realização experimental do EAEF utilizando a configuração aprimorada (corpo de prova com forma tubular), visando a verificação da análise computacional e a re-validação do modelo mecânico do material. Por fim, propõe-se a aplicação do EAEF no PTFE em tempos de ensaio muito superiores (da ordem de 10^6 - 10^7 s), de forma a se avaliar o potencial do ensaio.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 SHAW, M. T.; MACKNIGHT, W. J. *Introduction to polymer viscoelasticity, 3rd ed.* New Jersey: John Wiley & Sons, 2005.
- 2 MELO, C. C. *Desenvolvimento de um ensaio mecânico não convencional para a análise da relaxação de tensões do politetrafluoretileno.* Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos, 2016.
- 3 MELO, C.; MORAES, A.; ROCCO, F.; MONTILHA, F.; CANTO, R. A validation procedure for numerical models of ceramic powder pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018. ISSN 0955-2219. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221918300098>>.
- 4 EBNESAJJAD, S. *Fluoroplastics Volume 1: Non-Melt Processible Fluoroplastics.* 1. ed. Norwich, NY: William Andrew Publishing, 2000. v. 1. 365 p.
- 5 KHANNA, Y. P. The melting temperature of polytetrafluoroethylene. *Journal of Materials science letters*, Springer, v. 7, n. 8, p. 817–818, 1988.
- 6 RADUSCH, H.-J. Analysis of reversible melting in polytetrafluoroethylene. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, Akadémiai Kiadó, co-published with Springer Science+ Business Media BV . . . , v. 79, n. 3, p. 615–621, 2005.
- 7 STRABELLI, P. G.; SCIUTI, V. F.; MONTILHA, F. S.; CANTO, L. B.; CANTO, R. B. Influência de variáveis de sinterização na microestrutura de peças de PTFE moldadas por prensagem isostática. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, SciELO Brasil, v. 24, n. 5, p. 612–619, 2014.
- 8 MCCRUM, N. G. An internal friction study of polytetrafluoroethylene. *Journal of Polymer Science*, v. 34, n. 127, p. 355–369, 1959.
- 9 SCIUTI, V. F. *Caracterização experimental e simulação computacional das deformações induzidas na fusão e cristalização do PTFE.* Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos - Brasil, 2016.
- 10 DAVIS, J. R. *Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance.* University of Michigan: ASM International, 2001.
- 11 BONNET, J.-F. *Polymères fluorés.* [S.l.]: Techniques de l'Ingénieur, 2004.
- 12 CANTO, R. B. *Estudo teórico e experimental dos processos de compactação e sinterização do politetrafluoretileno (PTFE).* Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo - Brasil/École Normale Supérieure de Cachan - França, 2007.
- 13 CANTO, R. B.; SCHMITT, N.; CARVALHO, J.; BILLARDON, R. Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted

polytetrafluoroethylene powders. *Polymer Engineering and Science*, v. 51, n. 11, p. 2220–2235, 2011.

14 BILLMEYER, F. W. *Textbook of Polymer Science*. 3. ed. Michigan: Wiley India Pvt. Limited, 1984.

15 RAE, P. J.; DATTELBAUM, D. M. The properties of poly (tetrafluoroethylene)(ptfe) in compression. *Polymer*, Elsevier, v. 45, n. 22, p. 7615–7625, 2004.

16 GAMBONI, O. C.; RIUL, C.; BILLARDON, R.; Bose Filho, W. W.; SCHMITT, N.; CANTO, R. B. On the formation of defects induced by air trapping during cold pressing of PTFE powder. *Polymer*, v. 82, p. 75–86, 2016.

17 MESSNER, K.; GILLQUIST, J. Prosthetic replacement of the rabbit medial meniscus. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 27, n. 9, p. 1165–1173, 1993.

18 NEUMANN, A.; JAHNKE, K. Biomaterials for ossicular chain reconstruction. a review. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, v. 34, n. 12, p. 1052–1057, 2003.

19 ELLIS, E.; MESSO, E. Use of nonresorbable alloplastic implants for internal orbital reconstruction. *Journal of Oral and Maxillofacial Surgery*, v. 62, 2004.

20 FENG, S.; ZHONG, Z.; WANG, Y.; XING, W.; DRIOLI, E. Progress and perspectives in PTFE membrane: Preparation, modification, and applications. *Journal of Membrane Science*, v. 549, p. 332 – 349, 2018. ISSN 0376-7388.

21 SAINT-GOBAIN. Saint-gobain seals highlights sealing technology for harsh environments. *Sealing Technology*, v. 2017, n. 7, p. 4, 2017. ISSN 1350-4789.

22 LIU, Y.; XU, N.; WANG, Y.; YAO, Y.; XIAO, H.; JIA, J.; LV, H.; ZHANG, D. Preparation and tribological properties of hybrid PTFE/Kevlar fabric self-lubricating composites. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 361, p. 196–205, 2019.

23 ROESLER, J.; HARDERS, H.; BAEKER, M. *Mechanical behaviour of engineering materials: metals, ceramics, polymers, and composites*. New York: Springer Berlin Heidelberg, 2007. 534 p.

24 BOYER, R. Dependence of mechanical properties on molecular motion in polymers. *Polymer Engineering and Science*, v. 8, n. 3, p. 161 – 185, 1968.

25 SUNTHAR, P.; KRISHNAN, J.; DESHPANDE, A.; KUMAR, P. *Rheology of Complex Fluids*. New York, NY: Springer, 2010. 171-191 p.

26 ASTM. *Standard Test Methods for Stress Relaxation for Materials and Structures*. 2013. West Conshohocken.

- 27 CANEVAROLO, S. *Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros*. [S.l.]: Artliber, 2002.
- 28 CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. *Materials Science and Engineering - An Introduction*. 8. ed. [S.l.: s.n.], 2009. 992 p.
- 29 HAMDAN, S.; SWALLOWE, G. The strain-rate and temperature dependence of the mechanical properties of polyetherketone and polyetheretherketone. *Journal of materials science*, Springer, v. 31, n. 6, p. 1415–1423, 1996.
- 30 LEMAITRE, J.; CHABOCHE, J. L. *Mécanique des matériaux solides*. 2. ed. Paris: Dunod, 1985. 544 p.
- 31 ARIAS, J.; ESCOBAR, M.; VAZQUEZ, A. Modeling of dynamic mechanical properties of epoxy and epoxy-phenolic reinforced with multi-wall carbon nanotubes. *Journal of Composite Materials*, v. 48, n. 16, p. 2001–2009, 2014.
- 32 ROYLANCE, D. *Engineering Viscoelasticity*. Cambridge: Massachusetts Institute of Technology, 2001.
- 33 HURTADO, J.; LAPCZYK, I.; GOVINDARAJAN, S. Parallel Rheological Framework to model non-linear viscoelasticity, permanent set, and Mullins effect in elastomers. *Constitutive Models for Rubber VIII*, CRC Press, v. 95, p. 95–100, 2013.
- 34 DASSAULT SYSTÈMES SIMULIA CORP. *Abaqus 6.14 Documentation*. Providence, RI, USA., 2014.
- 35 DALRYMPLE, T.; HURTADO, J.; LAPCZYK, I.; AHMADI, H. Parallel Rheological Framework to model the amplitude dependence of the dynamic stiffness in carbon-black filled rubber. *Constitutive Models for Rubber IX*, CRC Press, p. 189, 2015.
- 36 LAPCZYK, I.; HURTADO, J.; GOVINDARAJAN, S. A Parallel Rheological Framework for modeling elastomers and polymers. In: *182nd Fall Technical Meeting of the Rubber Division, American Chemical Society. Cincinatti, Ohio, USA*. [S.l.: s.n.], 2012.
- 37 KARIM, M.; ZHANG, Z.; ZHU, Y. Prediction of nonlinear viscoelastic recovery of thermoplastic polymers using Abaqus Parallel Rheological Framework (PRF) model. *Science in the Age of Experience, Boston*, 2016.
- 38 QI, Z.; HU, N.; LI, G.; ZENG, D.; SU, X. Constitutive modeling for the elastic-viscoplastic behavior of high density polyethylene under cyclic loading. *International Journal of Plasticity*, Elsevier, v. 113, p. 125–144, 2019.
- 39 ROPERS, S.; KARDOS, M.; OSSWALD, T. A. A thermo-viscoelastic approach for the characterization and modeling of the bending behavior of thermoplastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 90, p. 22–32, 2016.

- 40 ISO. *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of stress relaxation in compression – Part 1: Testing at constant temperature*. 2011.
- 41 ISO. *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of ageing characteristics by measurement of stress relaxation in tension*. 2013.
- 42 WILKINSON, C. S.; GEHMAN, S. D. Autopneumatic apparatus for measuring stress relaxation. *Analytical Chemistry*, v. 22, n. 11, p. 1439–1443, 1950.
- 43 LEWIS, A. F.; BIRCANN, R. A.; PIERCE, R. E.; BAKER, M. R. Measuring the stress relaxation behaviour of engineering thermoplastic composites. *Polymer Testing*, Elsevier, v. 2, n. 4, p. 249–261, 1981.
- 44 OTHMAN, A.; HEPBURN, C. Stress relaxation measurement of rubber in tension—a new technique. *Polymer testing*, Elsevier, v. 11, n. 1, p. 47–59, 1992.
- 45 GALE, G.; NEALE, M. An apparatus to measure the relaxation of crop samples following compression. *Journal of Agricultural Engineering Research*, v. 65, n. 3, p. 247 – 252, 1996. ISSN 0021-8634.
- 46 HORST, R. H.; STEPHENS, T. S.; COONS, J. E.; WINTER, H. H. Compression stress relaxation apparatus for the long-time monitoring of the incremental modulus. *Review of scientific instruments*, AIP, v. 74, n. 11, p. 4737–4744, 2003.
- 47 STAN, F.; FETECAU, C. Study of stress relaxation in polytetrafluoroethylene composites by cylindrical macroindentation. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 47, p. 298–307, 2013.
- 48 SIOURIS, S.; SHAW, B.; WILSON, C. Method for the evaluation of elastomeric seals by compression stress relaxation. *Polymer Testing*, Elsevier, v. 32, n. 8, p. 1299–1305, 2013.
- 49 FORQUIN, P.; ROTA, L.; CHARLES, Y.; HILD, F. A method to determine the toughness scatter of brittle materials. *International Journal of Fracture*, v. 125, n. 1, p. 171–187, 2004.
- 50 TRAVELLETTI, J.; DELACOURT, C.; ALLEMAND, P.; MALET, J.-P.; SCHMITTBUHL, J.; TOUSSAINT, R.; BASTARD, M. Correlation of multi-temporal ground-based optical images for landslide monitoring: Application, potential and limitations. *ISPRS Journal of Photogrammetry and Remote Sensing*, Elsevier, v. 70, p. 39–55, 2012.
- 51 HILD, F.; ROUX, S. Comparison of local and global approaches to digital image correlation. *Experimental Mechanics*, Springer, v. 52, n. 9, p. 1503–1519, 2012.
- 52 DUFOUR, J.-E.; HILD, F.; ROUX, S. Integrated digital image correlation for the evaluation and correction of optical distortions. *Optics and Lasers in Engineering*, Elsevier, v. 56, p. 121–133, 2014.

- 53 BESNARD, G.; HILD, F.; ROUX, S. "Finite-Element" displacement fields analysis from digital images: Application to Portevin-Le Chatelier bands. *Experimental Mechanics*, v. 46, n. 6, p. 789–803, DEC 2006. ISSN 0014-4851.
- 54 LECLERC, H.; PÉRIÉ, J.; ROUX, S.; HILD, F. Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties. In: _____. *MIRAGE 2009*. Berlin (Germany): Springer, 2009. LNCS 5496, p. 161–171.
- 55 HILD, F.; ROUX, S. Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties - a review. *Strain*, v. 42, p. 69–80, 2006.
- 56 FAYOLLE, X.; CALLOCH, S.; HILD, F. Controlling testing machines with digital image correlation. *Experimental techniques*, v. 31, n. 3, p. 57–63, 2007.
- 57 H Leclerc, J Neggers, F Mathieu, S Roux e F Hild. *Correli 3.0*. 2015. IDDN.FR.001.520008.000.S.P.2015.000.31500.
- 58 MELO, C. C. de; MACÊDO, S.; SCIUTI, V. F.; CANTO, R. B. A novel mechanical test for the stress relaxation analysis of polymers. *Polymer Testing*, Elsevier, v. 73, p. 276–283, 2019.
- 59 DASSAULT SYSTÈMES SIMULIA CORP. *Isight 5.9 User's Guide*. Providence, RI, USA., 2014.
- 60 THOMAS, D. Uniaxial compressive creep of polytetrafluoroethylene. *Polymer Engineering & Science*, Wiley Online Library, v. 9, n. 6, p. 415–422, 1969.
- 61 WARD, I. M.; SWEENEY, J. *Mechanical properties of solid polymers*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2012.
- 62 NANDI, B.; DALRYMPLE, T.; YAO, J.; LAPCZYK, I. Importance of capturing non-linear viscoelastic material behavior in tire rolling simulations. In: *Presented at the*. [S.l.: s.n.], 2014. v. 8, p. 10.
- 63 DUPONT. *Teflon PTFE Fluoropolymer Resin: Properties Handbook*. [S.l.]: DuPont Fluoroproducts, 1996.
- 64 RINK, M.; FRASSINE, R.; PAVAN, A. Yield behaviour of polycarbonate/poly (styrene-co-acrylonitrile) blends. *Polymat'94*, p. 513–516, 1994.
- 65 ROSE, J.; DUCKETT, R.; WARD, I. The yield behaviour of poly (phenylenebiphenylbenzimidazole). *Journal of materials science*, Springer, v. 30, n. 21, p. 5328–5334, 1995.
- 66 QUINSON, R.; PEREZ, J.; RINK, M.; PAVAN, A. Components of non-elastic deformation in amorphous glassy polymers. *Journal of materials science*, Springer, v. 31, n. 16, p. 4387–4394, 1996.

- 67 DAVID, L.; QUINSON, R.; GAUTHIER, C.; PEREZ, J. The role of anelasticity in high stress mechanical response and physical properties of glassy polymers. *Polymer Engineering & Science*, Wiley Online Library, v. 37, n. 10, p. 1633–1640, 1997.
- 68 PEGORETTI, A.; GUARDINI, A.; MIGLIARESI, C.; RICCO, T. Recovery of post-yielding deformations in semicrystalline poly (ethylene-terephthalate). *Polymer*, Elsevier, v. 41, n. 5, p. 1857–1864, 2000.
- 69 MARANO, C.; RINK, M. Shear yielding threshold and viscoelasticity in an amorphous glassy polymer: a study on a styrene–acrylonitrile copolymer. *Polymer*, Elsevier, v. 42, n. 5, p. 2113–2119, 2001.
- 70 GHORBEL, E. A viscoplastic constitutive model for polymeric materials. *International Journal of Plasticity*, Elsevier, v. 24, n. 11, p. 2032–2058, 2008.
- 71 FASCE, L. A.; PETTARIN, V.; MARANO, C.; RINK, M.; FRONTINI, P. M. Biaxial yielding of polypropylene/elastomeric polyolefin blends: effect of elastomer content and thermal annealing. *Polymer Engineering & Science*, Wiley Online Library, v. 48, n. 7, p. 1414–1423, 2008.
- 72 HEINZ, S.; TU, J.; JACKSON, M.; WIGGINS, J. Digital image correlation analysis of strain recovery in glassy polymer network isomers. *Polymer*, Elsevier, v. 82, p. 87–92, 2016.
- 73 SUTTON, M. A.; YAN, J.; TIWARI, V.; SCHREIER, H.; ORTEU, J. The effect of out-of-plane motion on 2d and 3d digital image correlation measurements. *Optics and Lasers in Engineering*, Elsevier, v. 46, n. 10, p. 746–757, 2008.
- 74 DUFOUR, J.-E.; BEAUBIER, B.; HILD, F.; ROUX, S. Cad-based displacement measurements with stereo-dic. *Experimental Mechanics*, Springer, v. 55, n. 9, p. 1657–1668, 2015.
- 75 BEER, F. P.; JOHNSTON, J. E. R.; DEWOLF, J. T. *Resistência dos Materiais*. 4. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 2006. 758 p.
- 76 SCIUTI, V. F.; ANGÉLICO, R. A.; BOSE-FILHO, W. W.; SCHMITT, N.; CANTO, R. B. Identificação dos parâmetros de um modelo de comportamento mecânico para o PTFE sob -10°C assistida pela técnica de correlação de imagens digitais e por métodos de otimização. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 21° CBECiMat*. Cuiabá: [s.n.], 2014. p. 7109–7116.

APÊNDICE A: DETALHAMENTO DA CÂMARA TÉRMICA

O controle de temperatura da câmara é feito por quatro módulos de potência, que consistem em placas de Peltier acopladas entre dois dissipadores aletados de alumínio, duas ventoinhas para uma melhor troca e distribuição do calor dentro da câmara e espaçadores para diminuição do som. Um desenho esquemático destes módulos de potência pode ser visto na Figura 7.1.

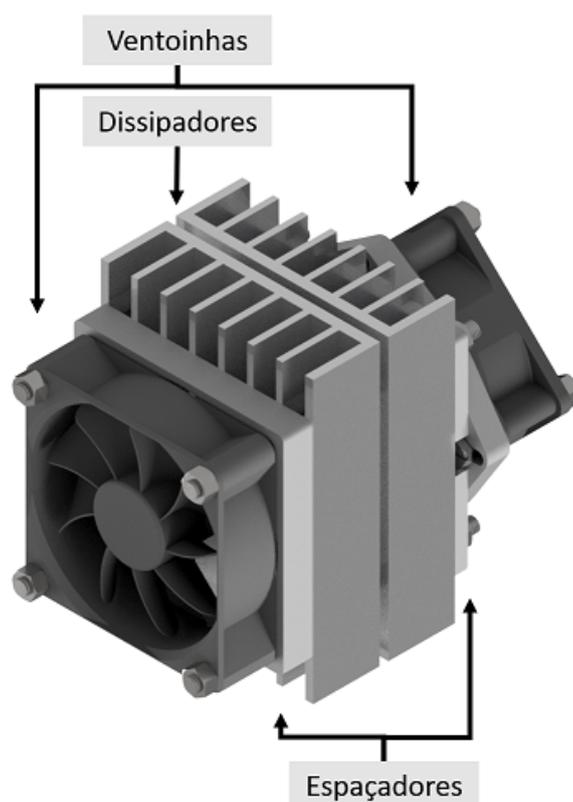


Figura 7.1 Desenho esquemático dos módulos de potência para o controle de temperatura da câmara térmica.

As placas de Peltier são conectadas em série, com uma aplicação de 6 V em cada placa.

O controle PWM de acionamento das placas de Peltier é feito por uma ponte H, alimentada pela placa de Arduino e por uma fonte 12V. A medição da temperatura é realizada por um sensor MAX6675, alimentado pela placa de Arduino.

A iluminação da câmara é provida por módulos de LED ligados diretamente na fonte 12 V. A conexão entre a ponte H, o sensor de temperatura e a placa de Arduino é feita por meio de uma protoboard.

O código de Arduino, desenvolvido por M. Furlan, utilizado no controle da câmara térmica é exibido nas Figuras 7.2-7.5.

```
1
2 #include "max6675.h" //inclui biblioteca para leitura de temperatura utilizando o sensor max6675k
3 #include "math.h" //utilizar funcao modulo
4
5 // portar do arduino para entrada do sensor de temperatura //
6 int SD = 8;
7 int CS = 9;
8 int CLK = 10;
9 MAX6675 sensor(CLK, CS, SD); //define a variavel sensor
10
11 // tempo base de leitura em milisegundos – pode ser alterado com a frequencia //
12 int ts = 1000;
13
14 // portas para PWM //
15 int HPWM = 5;
16 int CPWM = 6;
17
18 // variavel para medicao do tempo da simulacao //
19 int tempo = 0;
20
21 // variavel utilizada em lacos de for //
22 int i;
23 int j;
24 int a = 1;
25
26 // variavel que define o tamanho da media movel
27 int n = 6;
28
29 // variavel que define a frequencia de aquisicao de dados e acao no sistema [hz]
30 float freq = 0.5;
```

Figura 7.2 Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 1

```

1 // ----- PID ----- //
2 float SetPoint =25; //valor da temperatura inicial desejada
3 float VP = 0; //variavel de processo – valor do sensor de temperatura
4 float erro[2] = {0,0}; //diferenca entre a temperatura aferida – VP – e a desejada – SetPoint
5 float proporcional; //valor diretamente proporcional ao erro – nao acumulativo
6 float integrador = 0; //valor da integral do erro – acumulativo
7 float derivador = 0; //valor da derivado do erro – nao acumulativo
8 float somador; //valor que corresponde a soma todos os erros
9 float VP_vetor[6]; //armazena valores de VP para calculo da media movel
10 float VP_auxiliar; //questao organizacional para calculo de media movel
11 float sinal = 0; //valor enviado a Peltier –100 (inverte 100%) a 100
12 float sinal_auxiliar; //facilitar as contas
13
14 // Valores de ganho do controlador PID //
15 float Kp = 60; //multiplica o erro – proporcional
16 float Ki = 3; //multiplica a integral do erro – integrador
17 float Kd = 50; //multiplica a derivada do erro – derivador
18
19 // Outros parametros de controle //]
20 // parametros abaixo usados para corrigir a nao linearidade causada pela //
21 // pela saturacao do atuador – pastilhas Peltiers //
22 float delta = 3; // intervalo de para ativacao do integrador
23 float Kt = 0.2; // valor de ganho para "back calculation"
24
25 void setup() {
26   pinMode(HPWM, OUTPUT); //define pino 5 como saida
27   pinMode(CPWM, OUTPUT); //define pino 6 como saida
28   Serial.begin(115200); //possibilita visualizacao dos dados
29   // carregar valores de temperatura para calculo da media movel
30   for (i=0;i<n;i++){
31     VP_vetor[i] = sensor.readCelsius();
32     delay(100); //atrasa em 0.1s a cada leitura
33     erro[1] = 0;
34   }
35 }

```

Figura 7.3 Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 2

```

1 void loop() {
2   // inserir condicao para loop infinito
3   while (a == 1){
4     // calculo da media movel //
5     VP = 0;
6     for (i=0;i<n-1;i++){
7       VP_auxiliar = VP_vetor[i+1];
8       VP_vetor[i] = VP_auxiliar;
9     }
10    VP_vetor[n-1] = sensor.readCelsius();
11    for (i=0;i<n;i++){
12      VP = VP + VP_vetor[i];
13    }
14    VP = VP/n;
15
16    // calculo do erro //
17    erro[0] = erro[1];
18    erro[1] = SetPoint - VP;
19    proporcional = erro[1];
20
21    // condicao para ativar o integrador //
22    integrador = integrador + (erro[1] + erro[0])/2*(ts/freq/1000);
23    // back calculation - pune o valor do integrador //
24    if (sinal > 100){
25      integrador = integrador - Kt*(sinal-100);
26    }
27    if (sinal <= -100){
28      integrador = integrador -Kt*(sinal + 100);
29    }
30
31    if (abs(erro[1]) >= delta){
32      integrador = 0;
33    }
34
35    derivador = (erro[1] - erro[0])/ts/freq;
36    // alternar posicao no vetor erro //
37
38    // calculo do sinal //
39    sinal = Kp*proporcional + Ki*integrador + Kd*derivador;
40    if (sinal >= 100){
41      sinal_auxiliar = 100;
42    }
43    if (sinal <= -100){
44      sinal_auxiliar = 100;
45    }
46    if (abs(sinal)<100)
47      sinal_auxiliar = abs(sinal);

```

Figura 7.4 Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 3

```

1 // ativar o conjunto termico //
2 // ----- ESQUENTAR ----- //
3 if (sinal > 0){
4 // Ligar a peltier e esperar - liga em 100% uma fracao do tempo base ts //
5 analogWrite(CPWM,0);
6 analogWrite(HPWM,255);
7 delay(sinal_auxiliar*ts/100/freq);
8
9 // Desligar a peltier e esperar - espera o restante de tempo para completar ts //
10 analogWrite(CPWM,0);
11 analogWrite(HPWM,0);
12 delay((1000-sinal_auxiliar*ts/100)/freq);
13 }
14 // ----- ESFRIAR ----- //
15 if (sinal <= 0){
16 // Ligar a peltier e esperar - liga em 100% uma fracao do tempo base ts //
17 analogWrite(CPWM,255);
18 analogWrite(HPWM,0);
19 delay(sinal_auxiliar*ts/100/freq);
20
21 // Desligar a peltier e esperar - espera o restante de tempo para completar ts //
22 analogWrite(CPWM,0);
23 analogWrite(HPWM,0);
24 delay((1000-sinal_auxiliar*ts/100)/freq);
25 }
26 // contagem do tempo em segundos //
27 tempo = tempo + ts/1000;
28
29 Serial.println(VP);
30 }
31 }

```

Figura 7.5 Código inserido na placa Arduino Uno para o controle dos módulos de potência da câmara térmica. Parte 4

APÊNDICE B: ENSAIOS CÍCLICOS

Os ensaios cíclicos realizados para a caracterização do limite viscoelástico do material se encontram nas Figuras 7.6, 7.7 e 7.8.

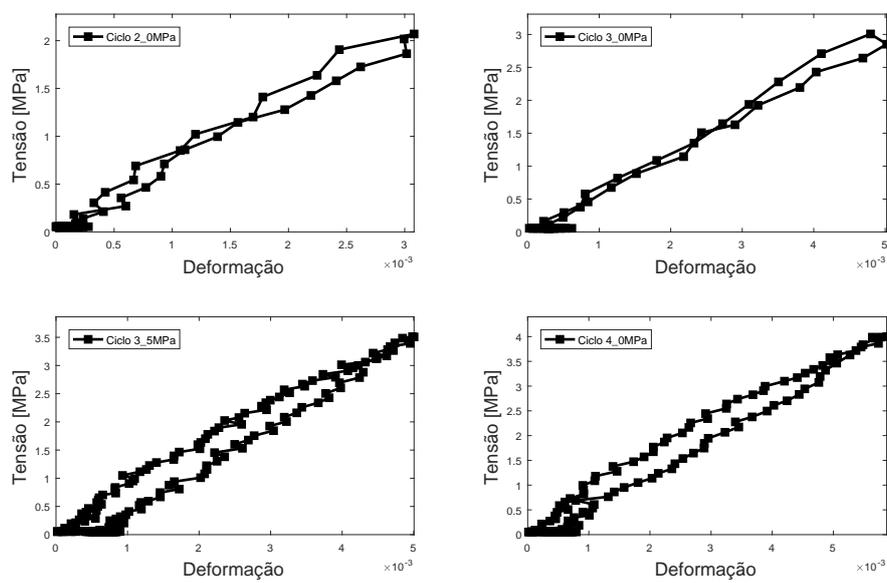


Figura 7.6 Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 2,0 MPa; 3,0 MPa; 3,5MPa; 4,0 MPa.

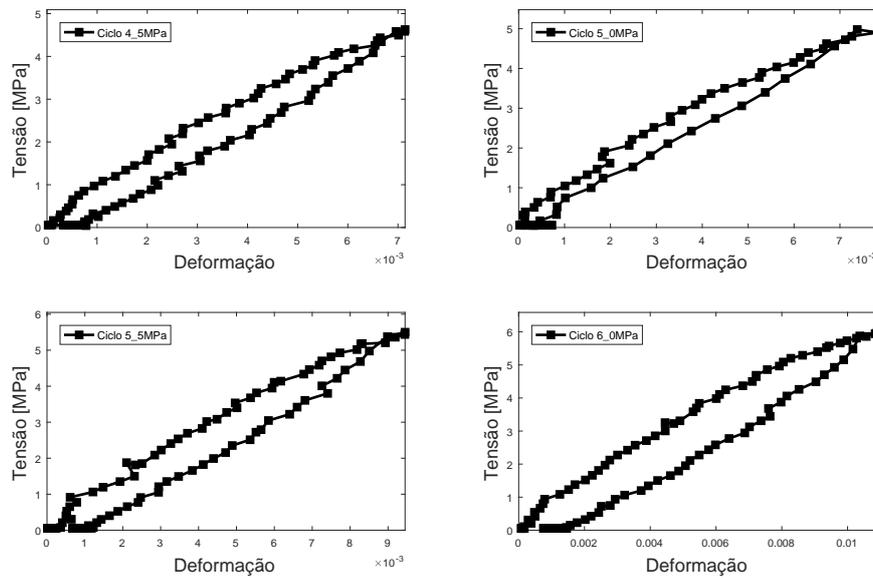


Figura 7.7 Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 4,5 MPa; 5,0 MPa; 5,5MPa; 6,0 MPa.

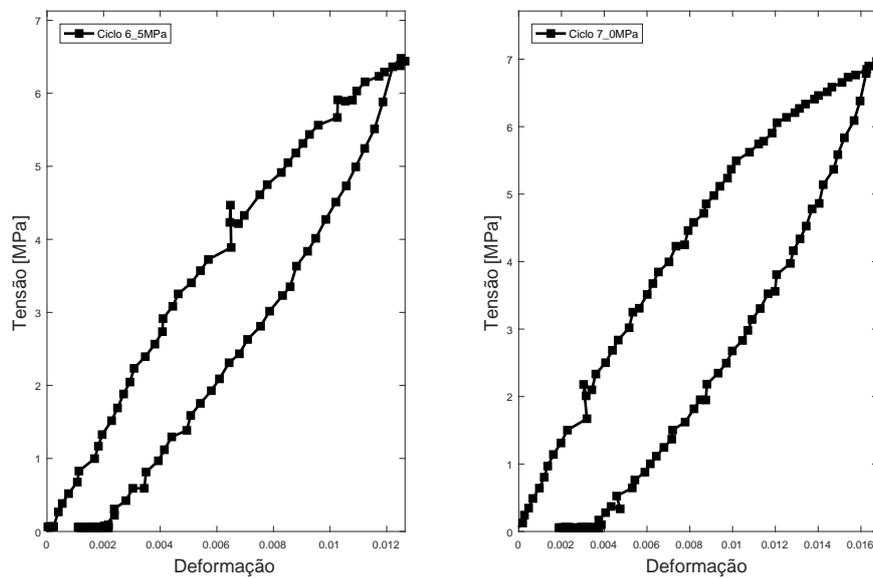


Figura 7.8 Gráfico de tensão vs. deformação dos ciclos 6,5 MPa e 7,0 MPa