



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  

---

Escola Politécnica

## METODOLOGIA DE ABERTURA DE PRÉ-TRINCA POR FADIGA PARA POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE (PEAD)

Thais Pereira de Sequeira

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro.

Orientador: Prof. Célio Albano da Costa Neto

Co-orientadora: Marysilvia Ferreira da Costa

Rio de Janeiro

Julho de 2014

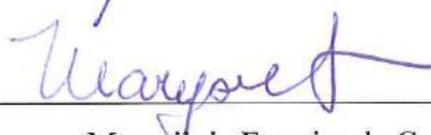
METODOLOGIA DE ABERTURA DE PRÉ-TRINCA POR FADIGA PARA  
POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE (PEAD)

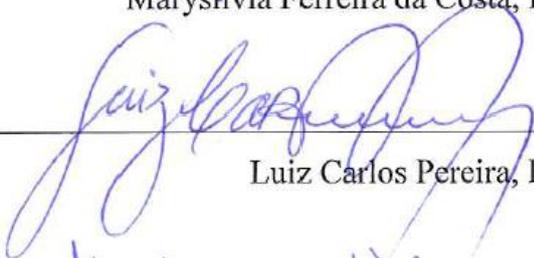
Thais Pereira de Sequeira

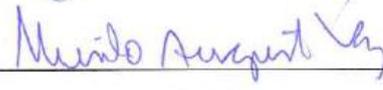
PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE  
ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

Examinado por:

  
\_\_\_\_\_  
Célio Albano da Costa Neto, Ph.D

  
\_\_\_\_\_  
Marysilvia Ferreira da Costa, D.Sc.

  
\_\_\_\_\_  
Luiz Carlos Pereira, D.Sc.

  
\_\_\_\_\_  
Murilo Augusto Vaz, Ph. D

Rio de Janeiro, RJ - Brasil

Julho de 2014

Sequeira, Thais Pereira de

Metodologia de Abertura de Pré-Trinca por Fadiga para Polietileno de Alta Densidade (PEAD) / Thais Pereira de Sequeira - Rio de Janeiro: UFRJ / Escola Politécnica, 2014.

xiv, 87, p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Célio Albano da Costa Neto

Projeto de Graduação - UFRJ / Escola Politécnica / Engenharia Metalúrgica, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 88-91.

1. Fadiga. 2. PEAD. 3. Metodologia de Abertura de Pré-Trinca, I. Neto, Célio Albano da Costa. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Engenharia Metalúrgica. III. Metodologia de Abertura de trinca por Fadiga para Polietileno de Alta Densidade (PEAD).

*“Faz de tua vida um sonho, e de teu sonho uma realidade.”*

Antoine de Saint-Exupéry

## **Agradecimentos**

Primeiramente, agradeço a Deus por todas as oportunidades que tive em minha vida, por guiar meus passos e por toda força e energia positiva que o Senhor me forneceu quando mais precisei de proteção.

Agradeço à minha Mãe Marisa e meu Pai José Antônio por todos os conselhos dados, por todo apoio e sobretudo pela compreensão e amor durante este momento de minha vida que não pude estar muito presente. Porém, mesmo distante pude contar com o apoio de vocês. Igualmente agradeço a todos os meus familiares que sempre estiveram comigo em todas as minhas conquistas, em especial à minha irmã Mylena, meu irmão Victor, meus avós e meus tios. Obrigada por serem meu porto seguro.

Aos meus orientadores Célio e Marysilvia, pelos conselhos, oportunidades, orientação e ensinamentos durante esses anos de trabalho no Laboratório de Polímeros/COPPE. Agradeço também aos técnicos e engenheiros do LabPol pela colaboração.

Aos professores Luiz Carlos Pereira e Murilo Vaz pela disponibilidade e interesse de participar da minha banca de projeto final.

Aos meus velhos e grandes amigos Melissa, Livia, Jefferson, Paulo Henrique e Rafael por estarem comigo sempre. Apesar da grande distância que nos separa, não é preciso estar junto para se estar perto.

Aos amigos que fiz no início da graduação, Jonas, Camila Maria, Luiza, Fernanda, Fernando Augusto, Rafaela, Juliana e Vítor. Obrigada pela ajuda nos estudos e por todo carinho. Em especial, ao meu melhor amigo Jonas, por sua amizade e parceria desde o início da faculdade, companheiros inseparáveis desde a iniciação científica até na mesma empresa.

Agradeço igualmente meus amigos do intercâmbio na França, Ana Laura, Jonas, Victor Hugo, Denise e Nicolas. Obrigada por todos os momentos especiais que vivemos e todo o aprendizado. Vocês foram minha família e a amizade continua mesmo que estejamos vivendo outras realidades. Agradeço também ao professor Dilson pela oportunidade de ter vivido um ano na França, fato que mudou minha vida e que serei eternamente grata.

Aos grandes amigos que fiz no final da faculdade, Laura, Thais, Ananda, Patrícia, Victor Hugo e Eduardo. Agradeço pela força, pelo carinho, conversas, risadas e toda ajuda de vocês. Em especial, agradeço a Laura e Victor Hugo pelas boas vibrações, pelo exemplo que vocês passam e pelo grande carinho que me foi dado neste ano tão difícil.

Aos queridos amigos da Technip, Fernando, Laura, Thais, Rodrigo, Camila, Maíra, Gabriel, Marysol e Dirney pelas risadas e pelo excelente ambiente de trabalho. Se eu tenho

prazer de acordar cedo para vir trabalhar devo isso a vocês. Em especial, agradeço a Fernando por ter sido uma pessoa tão especial que apareceu em minha vida, companheiro que me incentiva e me apoia sempre que preciso. Obrigada pelo amor e pela cumplicidade

Agradeço ao apoio financeiro da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP, da Financiadora de Estudos e Projetos - FINEP e do Ministério da Ciência e Tecnologia - MCT por meio do PRH35.

Finalmente, obrigado a todos aqueles que de alguma forma estiveram do meu lado e torceram pelo meu sucesso.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico.

## METODOLOGIA DE ABERTURA DE PRÉ-TRINCA POR FADIGA PARA POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE (PEAD)

Thais Pereira de Sequeira

Julho/2014

Orientador: Célio da Costa Albano Neto

Co-orientadora: Marysilvia Ferreira da Costa

Curso: Engenharia Metalúrgica

A mecânica de fratura é uma metodologia muito utilizada para avaliar a integridade de grandes estruturas na presença de defeitos planos. A metodologia requer a presença de uma pré-trinca que para metais é introduzida por fadiga. Para polímeros, recomenda-se o corte por lâmina que resultará numa alteração no raio de curvatura e no valor de tenacidade resultante.

No Brasil, com a descoberta das novas reservas de petróleo e gás do pré-sal e condições de serviço mais severas, diversos materiais poliméricos são utilizados em componentes estruturais. Para *risers* flexíveis, há camadas poliméricas tanto na barreira de pressão quanto na capa protetora externa, fabricados de polietileno de alta densidade (PEAD), por exemplo.

A existência de trincas pode comprometer a vida em serviço desses componentes. Porém, não há na literatura uma metodologia clara de abertura de pré-trinca por fadiga para polímeros, devido ao comportamento viscoelástico. Assim, neste trabalho se busca a elaboração de uma metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga para o PEAD, seguido da avaliação da tenacidade à fratura do material no estado plano de deformação.

Os resultados mostram que a metodologia obteve êxito para a confecção da pré-trinca sendo aberta numa frequência cujo comportamento viscoelástico é quase nulo (próxima à transição vítrea). O melhor resultado foi obtido com razão entre carga mínima e máxima de 0.1, com menor efeito de tunelamento. Um valor de  $K_{IC}$  de  $0.57 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  foi calculado.

Palavras-chave: Pré-Trincas por Fadiga, Polímeros, Viscoelasticidade, PEAD, Risers

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

FATIGUE PRECRACKING METHODOLOGY FOR HIGH DENSITY POLYETHYLENE  
(HDPE)

Thais Pereira de Sequeira

July/2014

Advisor: Célio Albano da Costa Neto

Co-advisor: Marysilvia Ferreira da Costa

Course: Metallurgical Engineering

Fracture mechanics is quite used to evaluate the integrity of large structures in the presence of plane defects. This methodology requires a pre crack. For metals, the pre-crack is introduced by fatigue, while in polymers it's recommended the use of a razor blade, which does not result in the same crack tip accuracy and resultant material toughness.

In Brazil, with the discovery of new oil reservoirs from pre-salt and severe operation conditions, various polymer materials have been employed in equipment and parts. Particularly, flexible risers have a polymeric layer called pressure sheath or an external sheath that can be basically fabricated on high density polyethylene (HDPE).

The existence of cracks in these materials can impair their performances. However, is not well established how the fatigue pre crack opening in polymers because of its viscoelastic behavior. A better understand of the methodology for viscoelastic materials is still lacking regarding a better evaluation of its fracture toughness. This study is about a methodology to open a fatigue pre crack in HDPE and, then, test it for plain strain fracture toughness.

The results showed that the methodology is successful as long as the fatigue pre crack is opened with a frequency where viscoelastic behavior is almost nil, close to glass transition. The best result was obtained for a test with the ratio between minimum to maximum fatigue load about 0.1 when tunneling was very small and a  $K_{IC}$  of  $0.57 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  was measured.

Key words: Fatigue Pre Cracks, Polymers, Viscoelasticity, HDPE, Risers.

# Sumário

1. Introdução.....	1
1.1. Motivação.....	3
1.2. Objetivos .....	6
2. Revisão Bibliográfica.....	7
2.1. O Polietileno.....	7
2.1.1. PEAD e contexto histórico .....	10
2.1.2. Estrutura Molecular do PEAD .....	11
2.1.3. Propriedades do PEAD.....	12
2.1.4. Aplicações Industriais .....	16
2.2. Viscoelasticidade e Modelos Reológicos.....	17
2.2.1. Elasticidade e Viscosidade .....	18
2.2.2. Fluência em materiais viscoelásticos .....	21
2.2.3. Relaxação de tensões em materiais viscoelásticos.....	22
2.2.4. Relação entre Viscoelasticidade e fenômenos de Fluência e Relaxação.....	23
2.2.5. Modelos Reológicos .....	23
2.3. Transição Vítreia ( $T_g$ ) e Ensaio Dínamo-Mecânicos.....	28
2.3.1. Resposta de materiais viscoelásticos a cargas cíclicas.....	28
2.3.2. Transição Vítreia.....	30
2.3.3. Ensaio Dínamo-Mecânicos .....	31
2.4. Mecânica da Fratura .....	32
2.4.1. Fator Concentração de Tensões (K).....	34
2.4.2. Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) .....	36
2.4.3. Tipos de modos de carregamento entre superfícies de trincas .....	39
2.4.4. Critérios de escoamento na ponta da trinca .....	40
2.4.5. Fratura em materiais poliméricos.....	42

2.4.6. Métodos padrão de ensaio de tenacidade à fratura .....	45
3. Materiais e Métodos .....	47
3.1. Materiais.....	47
3.2. Metodologia .....	48
3.2.1. Ensaio de Tração .....	52
3.2.2. Ensaio Dínamo-Mecânicos .....	53
3.2.3. Ensaio de abertura de trincas por Fadiga .....	54
3.2.4. Ensaio de Mecânica da Fratura .....	59
4. Resultados e Discussões.....	60
4.1. Ensaio de caracterização mecânica e térmica .....	60
4.1.1. Ensaio de Tração .....	60
4.1.2. Ensaio Dínamo-Mecânicos .....	61
4.2. Metodologia de abertura e crescimento de pré-trincas por Fadiga.....	63
4.2.1. Ensaio pré-liminares .....	63
4.2.2. Ensaio de Fadiga.....	69
4.3. Avaliação de $K_{IC}$ (MFLE).....	77
5. Conclusões.....	86
6. Trabalhos Futuros .....	87
7. Referências Bibliográficas.....	88

# Índice de Figuras

Figura 1 - Configuração de camadas em risers ou flowlines (adaptado de [1]).	1
Figura 2 - À esquerda, Cabo Umbilical no leito marinho [50] e à direita, sua seção [3]. Note na presença de materiais poliméricos, como o revestimento externo processado a partir de PEAD.	2
Figura 3 - Corrosão em armadura de aço devido à presença de danos na imagem à esquerda [2] ou fissuras na camada polimérica externa na figura à direita [3] de uma linha flexível, ocasionando a falha em serviço.	2
Figura 4 - Explosão de camada externa de <i>riser</i> em função do aumento da pressão interna do anular devido à permeação de gás na estrutura [1].	4
Figura 5 - Estrutura de polímeros semicristalinos [11].	7
Figura 6 - Equação para polimerização a partir do monômero do PE [12].	8
Figura 7 - Reação de polimerização e obtenção do PEAD [13].	8
Figura 8 - À direita, PEBD com cadeias longas e curtas com várias ramificações. À esquerda, PEAD com suas cadeias longas e quase nenhuma ramificação [11].	12
Figura 9 - Diferentes tipos de PE: (a) PEAD, (b) PEBD; (c) PELBD; (d) PEUBD [14].	12
Figura 10 - Diferença estrutural entre PEAD linear e PEAD ramificado [10].	15
Figura 11 - Instalação de duto de PEAD [22].	16
Figura 12 - Extrusão de PEAD para obtenção de capa externa de riser [1].	17
Figura 13 - Falha catastrófica em função do da fluência de resina epóxi usada para ancoragem de parafusos em painéis de concreto [25].	18
Figura 14 - Mola representando material elástico (corpo de Hook) adaptado de [26].	19
Figura 15 - À esquerda, os diagramas de deformação ou de tensão em função do tempo. À direita, a relação linear entre tensão e deformação [26].	19
Figura 16 - Modelo de amortecedor [26].	20
Figura 17 - À esquerda, comportamento da deformação e da tensão para materiais viscosos. À direita, relação linear entre tensão e taxa de deformação [26].	20
Figura 18 - Curva típica de fluência para materiais metálicos (adaptado de [27]).	21
Figura 19 - À esquerda, tensão aplicada constante com o tempo. À direita, curva de fluência típica para material viscoelástico [24, 25].	22
Figura 20 - À esquerda, nível de deformação constante aplicada com o tempo. À direita, curva típica de relaxação de material viscoelástico [24, 25].	22

Figura 21 - Modelo de associação em série de Maxwell [30].	24
Figura 22 - Comportamento de materiais viscoelásticos em função do tempo para casos de fluência (à esquerda) e relaxação de tensões (à direita) [30].	26
Figura 23 - Associação de mola e amortecedor em paralelo, segundo modelo de Voigt [30].	27
Figura 24 - Dependência da rigidez (E) com a temperatura para diferentes polímeros (adaptado de [31]).	30
Figura 25 - Dispositivo experimental para ensaios DMA.	31
Figura 26 - Resultados dos ensaios para PEAD e PP (adaptado de [32]).	32
Figura 27 - Na figura (a), zona de escoamento pequena em relação ao tamanho da trinca. Em (b), zona plastificada razoável e em (c), zona totalmente plastificada a partir da ponta da trinca [23].	33
Figura 28 - Corpo com furo elíptico concentrador de tensões na extremidade da descontinuidade [33].	35
Figura 29 - Efeito concentrador de tensões devido à existência de uma descontinuidade local [36].	36
Figura 30 - Modos de carregamento entre superfícies de trincas [35].	39
Figura 31 - Na superfície do entalhe, a existência de um estado plano de tensões. Ao centro, a existência de um estado plano de deformação [23].	41
Figura 32 - Zona plástica na ponta de uma trinca [35].	41
Figura 33 - Formação de <i>crazes</i> durante propagação de trinca (adaptado de [23]).	42
Figura 34 - Trinca propagando através da formação de microfibrilas ( <i>crazes</i> ) (adaptado de [40]).	43
Figura 35 - Mecanismo molecular de fratura para polímeros (adaptado de [39]).	44
Figura 36 - Propagação de trinca por fadiga em polietileno. Nas figuras da parte superior (a), vista geral da trinca em diferentes regimes de carregamento. Nas figuras abaixo (b), ampliação que mostra as fibrilas geradas durante a abertura da trinca [6].	44
Figura 37 - Geometria de corpo de prova SENB (adaptado de [41]).	45
Figura 38 - Geometria de corpo de prova CT (adaptado de [41]).	45
Figura 39 - Corpos de prova utilizados (fratura, tração e DMA).	47
Figura 40 - Diagrama resumo da metodologia experimental.	48
Figura 41 - Corpos de prova para ensaios DMA.	49
Figura 42 - Dimensões (mm) detalhadas do corpo de prova para ensaio de tração (ASTM D638).	50

Figura 43 - Dimensões detalhadas dos corpos de prova de fratura (CT) com dimensões em mm. ....	51
Figura 44 - Corpo rígido para ensaio complementar. ....	52
Figura 45 - Máquina para ensaios de tração (modelo Instron - sistema eletromecânico).....	53
Figura 46 - Máquina de ensaio DMA. ....	54
Figura 47 - Servo-hidráulica MTS.....	55
Figura 48 - Ensaio de líquido penetrante. ....	56
Figura 49 - Ruptura de corpo de prova pós-fadiga. ....	56
Figura 50 - Trinca de fadiga com efeito de tunelamento. ....	56
Figura 51 - Divisão em seções da pré-trinca gerada por fadiga para medição do tamanho final da pré-trinca. Adaptado de ASME D6068. ....	57
Figura 52 - Definição de tamanho total de trinca "a", entalhe e pré-trinca por fadiga - adaptado de ASTM E647. ....	58
Figura 53 - Curva de tensão-deformação para PEAD com dois corpos de prova a temperatura ambiente. ....	60
Figura 54 - Detalhe da região "elástica", em que o escoamento do material ocorre abaixo de 2% de deformação.....	61
Figura 55 - Dependência da Tg do PEAD para baixas frequências.....	62
Figura 56 - Dependência da Tg para altas frequências. ....	63
Figura 57 - À esquerda, corpo de prova projetado com maior comprimento de entalhe (43.7 mm). À direita, detalhe da geometria do entalhe. ....	64
Figura 58 - Superfície de ruptura frágil. Condições: 10 Hz, 1000 ciclos.....	64
Figura 59 - CPs imersos em Nitrogênio líquido. ....	65
Figura 60 - Uso de cunha para abertura de CPs. ....	66
Figura 61 - Superfície de fratura de corpos de prova após imersão em Nitrogênio líquido. ...	66
Figura 62 - Ruptura de CPs com auxílio de uma cunha após imersão em nitrogênio líquido. ...	67
Figura 63 - Superfície de ruptura. Condições: 1Hz, 1000 ciclos.....	67
Figura 64 - Ruptura à temperatura ambiente, exibindo zona de fratura plástica. ....	68
Figura 65 - Superfícies de fratura de corpos de prova fadigados em diferentes condições de frequência. Note que em 20 Hz e 1 Hz, há maior efeito de tunelamento, enquanto que em 10 Hz (valor próximo à Tg), o efeito de tunelamento foi menor ....	69
Figura 66 - Ensaio de tração com CT entalhado sem pré-trinca e uso de clip gage. ....	70

Figura 67 - Ensaio de tração com corpo de prova não fadigado (sem pré-trinca) a medida que foi feita com o deslocamento do atuador da servohidráulica. ....	71
Figura 68 - Superfícies de ruptura. Note no cisalhamento na lateral com ruptura em 45° indicando um estado plano de tensões nesta zona e no embranquecimento denunciando deformação plástica. ....	72
Figura 69 - Introdução de pequeno corte nas laterais do entalhe visando reduzir efeitos de tunelamento. ....	72
Figura 70 - Na Figura 70- a, corpo de prova ciclado sem corte inicial ao longo do comprimento do entalhe. Na Figura 70-b, outro corpo de prova ciclado nas mesmas condições, porém com corte prévio ao longo do entalhe. ....	73
Figura 71 - Crescimento das trincas por fadiga em função do tempo. ....	74
Figura 72 - Forças máxima e mínima medidas durante ensaios de fadiga para abertura de trinca. ....	75
Figura 73 - R como função do número de ciclos para as condições em <i>stepwise fatigue</i> (R=0.1) e condição em relaxação. ....	76
Figura 74 - À esquerda, superfície de fratura do corpo de prova exibindo a frente de trinca de acordo com as normas ASTM para ensaios de fratura. À direita, pré-trinca sugerida por norma (adaptado de ASTM D6068). ....	77
Figura 75 - Dados do ensaio de tenacidade à fratura. ....	78
Figura 76 - Avaliação visual da geometria da pré-trinca obtida pela metodologia e trinca sugerida por norma para mesma altura média final. ....	80
Figura 77 - Comparação entre as pré-trincas obtidas por fadiga e por lâmina. Adaptado de ASTM D6068. ....	81
Figura 78 - Pré-trinca por fadiga. ....	83

# Índice de Tabelas

Tabela 1 - Propriedades do PE em função do grau de cristalinidade [14] .....	9
Tabela 2 - Propriedades do PEAD [21].....	14
Tabela 3 - Efeito das ramificações nas propriedades do PEAD [21].....	15
Tabela 4 - Ponto de escoamento e módulo de rigidez do PEAD a temperatura ambiente.....	61
Tabela 5 - Altura de pré-trinca por fadiga obtida após ensaio de tenacidade à fratura. Dimensões em mm.....	80
Tabela 6 - Diferenças quantitativas entre os valores de tenacidade à fratura.....	84

# 1. Introdução

Polímeros são materiais com características bastante adequadas para diversos tipos de aplicações em engenharia, pois são inertes quimicamente em variados tipos de meios, possuem alta razão “resistência mecânica/peso” e suportam altas taxas de deformação. Dessa forma, o desenvolvimento destes materiais tem permitido seu uso em condições de altas temperaturas envolvidas (até 230°C - valor considerado elevado para polímeros) e/ou quando há necessidade de boa resistência mecânica e à fadiga, fato que tem exigido maior conhecimento das propriedades mecânicas dos polímeros, em particular as propriedades de tenacidade à fratura, tópico que ainda se encontram em desenvolvimento.

Com a descoberta de novas reservas de petróleo e gás em águas ultra profundas, nas reservas do pré-sal brasileiro, observam-se condições de exploração mais críticas, como temperaturas e pressões elevadas que variam com a profundidade, em meio a carregamentos cíclicos e em ambientes corrosivos. Assim, a fratura de polímeros também ganha destaque na indústria de petróleo devido à aplicação estrutural destes materiais em condições severas, onde a presença de trincas ou defeitos pode comprometer o desempenho de um componente.

Há diversos exemplos de polímeros estruturais usados na indústria de petróleo. Por exemplo, para barreiras de pressão em *risers* flexíveis (operação em regime dinâmico) ou *flowlines* (operação em regime estático) cuja função é a garantia de estanqueidade ou reter pressão interna, em que PEAD, Poli(Fluoreto de Vinilideno) - PVDF e Poliamida 11 - PA-11 são os materiais mais comuns para essa aplicação [1]. Essa camada é apresentada na Figura 1; como revestimento externo para cabos umbilicais ou *risers* (PEAD ou PA-11 utilizados para tal função - Figura 2); ou como revestimento interno protetor de dutos ou “liners” (PEAD ou PVDF).

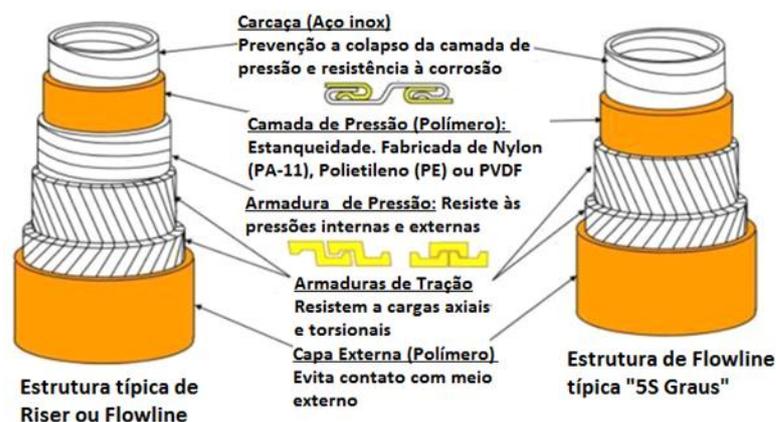
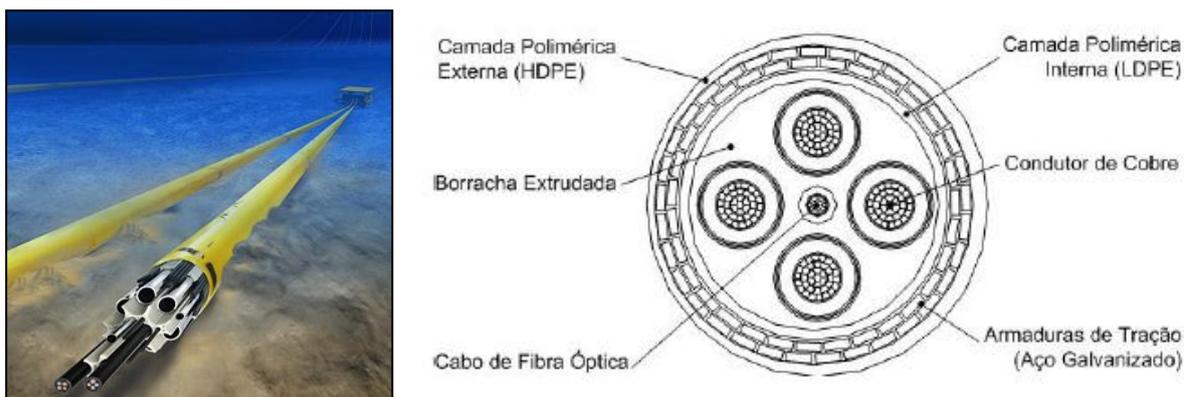


Figura 1 - Configuração de camadas em risers ou flowlines (adaptado de [1]).



**Figura 2 - À esquerda, Cabo Umbilical no leito marinho [50] e à direita, sua seção [3]. Note na presença de materiais poliméricos, como o revestimento externo processado a partir de PEAD.**

Para todas estas aplicações, a existência de trincas ou defeitos nos materiais poliméricos pode comprometer o desempenho da estrutura em serviço (Figura 3) possibilitando a ocorrência de falhas ou perda de resistência das outras camadas. Por exemplo, as armaduras de tração em *risers*, feitas de aço, sofrem severos problemas de corrosão quando expostas ao meio em razão de danos na capa polimérica externa. No caso do PVDF como barreira de pressão, falhas já foram reportadas, sobretudo na região dos conectores (região de alta concentração de tensões e permeação de gases) em função do aparecimento de trincas.



**Figura 3 - Corrosão em armadura de aço devido à presença de danos na imagem à esquerda [2] ou fissuras na camada polimérica externa na figura à direita [3] de uma linha flexível, ocasionando a falha em serviço.**

Todavia, ainda não se conhecem em todos os detalhes os mecanismos de falha nos materiais poliméricos e não há uma metodologia de abertura e crescimento de pré-trincas bem definida nos ensaios de tenacidade à fratura. A norma D5045 da *American Society for Testing*

*and Materials* (ASTM) recomenda abertura da trinca por lâmina, dado que pré-trincas por fadiga não são triviais de serem obtidas nestes materiais graças ao seu comportamento viscoelástico, relacionado a efeitos de relaxação. Porém, seriam mais adequados ensaios de fratura com pré-trincas por fadiga, pois estas simulam um plano de trinca com a sua extremidade se apresentando na forma mais aguda possível. Além disso, a introdução de pré-trincas por estilete pode causar um dano na matriz polimérica, que poderia afetar o resultado final do ensaio.

Portanto, ao se avaliar melhor a tenacidade à fratura dos polímeros, será possível a determinação do valor mais preciso de um parâmetro ( $K_{IC}$ ) e com ele a determinação do tamanho crítico de defeito e das tensões de fratura. Logo, falhas em serviço poderão ser evitadas e a determinação de períodos de paradas operacionais seria mais precisa, representando benefícios econômicos à indústria, bem como a melhoria dos projetos para minimizar a ocorrência de falhas.

Assim, o objetivo deste trabalho é entender o comportamento à fratura de polímeros usados na indústria de petróleo a partir de ensaios mecânicos utilizando a metodologia de Mecânica de Fratura, considerando a abertura da pré-trinca por fadiga, cujo estudo ainda está em desenvolvimento para polímeros. Serão caracterizadas as propriedades mecânicas do material e, finalmente, irá se definir uma metodologia de abertura e crescimento de pré-trincas por fadiga para dessa forma se avaliar a tenacidade à fratura do material de forma mais precisa e futuramente elaborar um critério de falha para o material.

## **1.1. Motivação**

O uso de polímeros com aplicações estruturais vem crescendo atualmente, sobretudo na indústria de petróleo. Para exploração de petróleo em águas profundas, onde teores elevados de gás  $H_2S$  e  $CO_2$  supercrítico são encontrados, falhas podem ocorrer no material em razão da permeação de gases pela estrutura.

Por exemplo, um problema reportado durante operações de troca de linhas flexíveis é o rompimento da capa polimérica externa - Figura 4. Este problema é resultado da permeação excessiva de gás na estrutura durante a operação de troca de linhas. O gás fica acumulado na região do anular do *riser*, definido como o espaço entre duas camadas poliméricas consecutivas.

Se, durante a operação de troca da linha, ocorrer uma elevação muito rápida da estrutura de forma que não comporte à diferença de pressão interna e externa devido ao pouco tempo disponível para que válvulas de alívio reduzam a pressão interna da linha, ocorrerá o rompimento da capa em razão da pressão interna ser muito superior à externa.



**Figura 4 - Explosão de camada externa de *riser* em função do aumento da pressão interna do anular devido à permeação de gás na estrutura [1].**

Este problema mostra a importância de se avaliar a tenacidade à fratura dos materiais utilizados em condições severas de operação, pois com estes conhecimentos é possível fazer a seleção adequada ou estipular condições de trabalho que não levem à falha em serviço. Além disso, a previsão do tempo de vida do componente em operação é cada vez mais importante no contexto da indústria e a mecânica de fratura é uma ferramenta poderosa para fazer este tipo de avaliação.

A Mecânica da Fratura tem sido utilizada para se avaliar o risco da presença de trincas em componentes de aplicações estruturais. Para metais, por exemplo, os estudos de mecânica da fratura e avaliação da tenacidade à fratura destes materiais começaram nos anos 40 com o desenvolvimento da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) [4] e nos anos 60 com o desenvolvimento da Mecânica da Fratura Elastoplástica (MFEP) [4, 5]. Ambas as metodologias necessitam da presença de uma trinca bastante aguda nos corpos de prova, ou seja, tal que seu raio de curvatura seja bem próximo de zero. Para metais, esta trinca aguda é facilmente obtida por fadiga e os padrões de controle dos parâmetros de teste são bem estabelecidos (ASTM E399).

Para polímeros a situação é diferente. Como são materiais viscoelásticos, ou seja, suas propriedades são dependentes tanto da taxa de deformação quanto do tempo, a abertura de trincas por fadiga não é um processo simples em razão de efeitos viscosos que levam ao tunelamento da trinca, fato que torna sua geometria inadequada para o ensaio de fratura segundo as normas vigentes de teste (ASTM E399). Em razão deste fato, Parsons [6] e Ulmanu [7] sugeriram o uso de uma lâmina para abrir a pré-trinca, cujo procedimento é tipicamente encontrado na literatura.

O uso da lâmina para abrir a pré-trinca não é um procedimento muito adequado porque não simula um plano ideal de crescimento de trinca, assim como não fornece a forma mais aguda possível [8]. Além disso, a lâmina pode causar um dano na matriz polimérica e isso pode influenciar no resultado final de avaliação da tenacidade à fratura do material.

Atualmente, não há na literatura muitas comparações entre os resultados do teste de fratura na condição de abertura de pré-trincas por lâmina e por fadiga. Cayard e Bradley [9] fizeram um estudo comparando três tipos de métodos de abertura de pré-trincas para policarbonato, sendo um por fadiga e dois outros tipos de abertura por corte com lâmina.

Apesar dos resultados de tenacidade dos três métodos terem sido similares, eles chegaram à conclusão que a metodologia de abertura da pré-trinca por fadiga era um método de melhor controle do raio de curvatura. O cuidado para abrir a pré-trinca por lâmina com raio de curvatura próximo ao nulo era muito maior do que aquele por abertura por fadiga.

Portanto, utilizar uma metodologia de abertura de trincas por fadiga mais eficaz proporcionará melhores resultados de avaliação da tenacidade à fratura dos polímeros que, conseqüentemente, fornecerá informações mais precisas quanto ao comportamento do material em operação.

## 1.2. Objetivos

Este estudo tem por objetivo desenvolver uma metodologia para a abertura de pré-trincas por fadiga que levam à obtenção de uma geometria adequada, conforme a norma ASTM D5045 para ensaios de tenacidade à fratura em condição de deformação plana para polímeros. Além disso, busca-se gerar uma pré-trinca por fadiga baseada na norma de ensaio de tenacidade à fratura de metais (ASTM E399), com foco numa trinca final com raio de curvatura “zero” em sua ponta.

Polietileno de Alta Densidade (PEAD) foi o material escolhido para o estudo em razão de ser facilmente processado e devido às suas diversas aplicações na Indústria de Petróleo, como por exemplo, capa externa de linhas flexíveis (*risers*), de cabos umbilicais (*umbilicals*), barreiras de pressão de *risers* e *flowlines* e revestimentos internos (*liners*) para proteção de tubulações metálicas.

## 2. Revisão Bibliográfica

### 2.1. O Polietileno

O Polietileno (PE) é um dos polímeros termoplásticos de uso mais comum e é aquele de estrutura molecular mais simples, composto apenas por átomos de carbono e hidrogênio. É caracterizado por ser um polímero semicristalino, constituído de regiões cristalinas e amorfas, como observado na Figura 5.

Regiões cristalinas são aquelas de alta ordenação, compostas de camadas paralelas e com cadeias empacotadas da forma mais densa possível. Estas regiões se formam quando há poucas ramificações partindo da cadeia principal. Dentro das regiões cristalinas, as moléculas possuem propriedades locais dependentes da direção. Já nos locais onde cadeias de moléculas não tem uma ordenação bem definida (aleatória), quebrando a estrutura ordenada, caracterizam-se regiões de menor densidade e são chamadas de zonas amorfas [10].

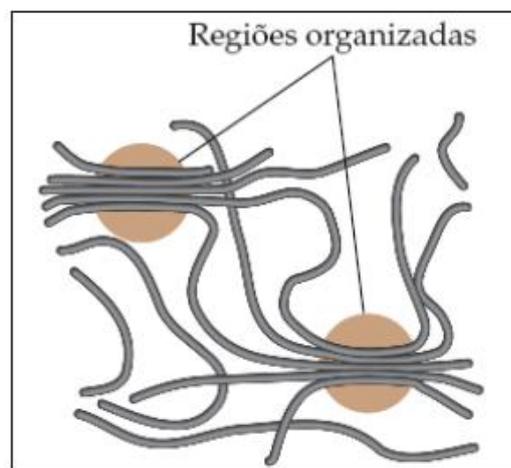
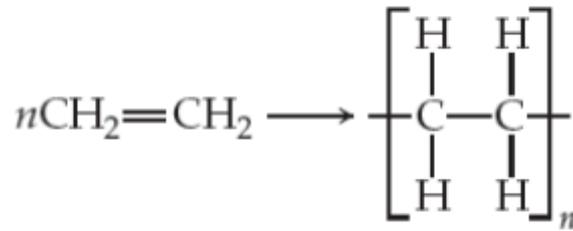
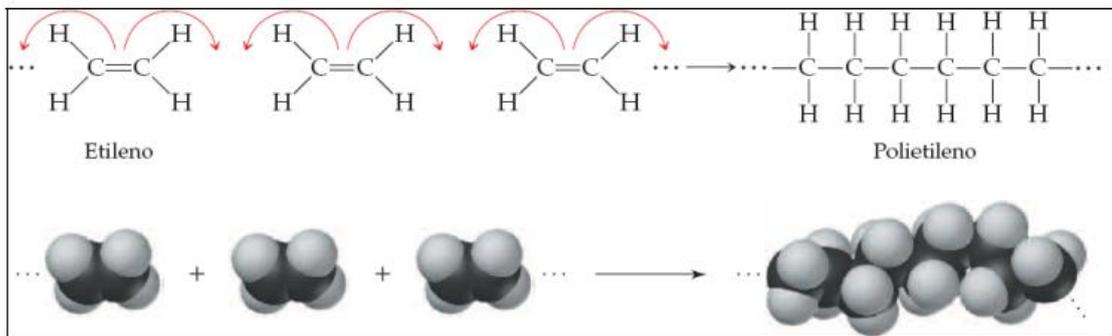


Figura 5 - Estrutura de polímeros semicristalinos [11]

As aplicações dos polietilenos na indústria são vastas, por exemplo, para tubulações de transporte de fluidos, para embalagens ou em revestimentos protetores internos ou externos de tubos. Ele pode ser representado pelo monômero (molécula constituída por um único mero) mostrado na Figura 6, obtido a partir da polimerização do composto orgânico etileno ( $C_2H_4$ ), como observado na Figura 7.



**Figura 6 - Equação para polimerização a partir do monômero do PE [12].**



**Figura 7 - Reação de polimerização e obtenção do PEAD [13]**

Nesta reação de polimerização, a dupla ligação em cada molécula de etileno é quebrada e dois elétrons são usados para formar uma nova ligação simples entre dois átomos de carbono com duas outras moléculas de etileno, gerando dessa forma a macromolécula de PE [12].

O PE é dividido em diferentes classes que dependem de sua densidade (grau de cristalinidade), tamanho e configuração das cadeias (teor de ramificações), consequentemente, do modo de processamento do material. As propriedades físicas e químicas do PE mudam conforme varia o grau de cristalinidade. Quanto maior o número de cadeias num mesmo volume, maior será a cristalinidade do polímero [10].

Nas regiões cristalinas, as forças intermoleculares entre as cadeias são mais intensas. A temperatura de fusão também depende do grau de cristalinidade, sendo maior no material mais cristalino em razão da intensificação das forças moleculares [12].

As propriedades gerais do PE em função de seu grau de cristalinidade são apresentadas na Tabela 1. Note que o ponto de fusão, densidade e resistência aumentam com a cristalinidade. A rigidez cresce até certo ponto, onde em 85% de cristalinidade ela apresenta uma queda, ligada às diferenças no teor e na natureza das ramificações. Numa cristalinidade muito alta (acima de 85%) quase não há ramificações presentes na estrutura, resultando num

material menos ordenado e com menor rigidez, conseqüentemente, que um material mais ordenado.

**Tabela 1 - Propriedades do PE em função do grau de cristalinidade [14]**

Propriedade	55%	62%	70%	77%	85%
Ponto de Fusão (°C)	109	116	125	130	133
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	0,92	0,93	0,94	0,96	0,98
Rigidez (MPa*10 <sup>-3</sup> )	17,0	32,4	51,7	82,7	11,4
Resistência (MPa)	11,72	17,24	22,75	28,96	35,16

Como as propriedades dependem do grau de cristalinidade do PE, dependendo deste existem diferentes aplicações e classificações. Podemos separá-los em [10]:

- Polietileno de Alta Densidade - PEAD (High Density Polyethylene - HDPE): densidade entre 0.941 e 0.965 g/cm<sup>3</sup>, usado para tubulações para gás, embalagens, tambores, etc;
- Polietileno de Média Densidade PEMD (Medium Density Polyethylene - MDPE): densidade entre 0.926 e 0.94 g/cm<sup>3</sup>, usado para tubulações que operam em baixas pressões;
- Polietileno de Baixa Densidade - PEBD (Low Density Polyethylene - LDPE): densidade entre 0.91 e 0.925 g/cm<sup>3</sup>, usado para dutos de pequeno diâmetro para transporte de água, mangueiras ou sacolas;
- Polietileno Linear de Baixa Densidade - PELBD (Linear Low Density Polyethylene - LLDPE): graças a sua estrutura com ramificações curtas, possui a resistência do PEAD e a flexibilidade do LDPE, usado para tubos de drenagem;
- Polietileno de Ultra Alta Densidade - PEUAD (Ultra High Density Polyethylene - UHDPE): densidade superior à 0.965 g/cm<sup>3</sup>;
- Polietileno de Ultra Baixa Densidade - PEUBD (Very Low Density Polyethylene): densidade inferior a 0.91 g/cm<sup>3</sup>.

Hipoteticamente, um PE totalmente cristalino seria muito frágil para ter alguma aplicação e um completamente amorfo seria muito viscoso. Ao aquecer o PE, a estrutura ordenada regride ao estado amorfo, enquanto que ao resfriá-lo se recupera a estrutura cristalina. Esta característica permite a soldagem do PE [10].

Com seu grande espectro de propriedades, o PE tem diversos tipos de aplicações. O ponto chave para essa grande diversidade reside em sua estrutura semicristalina que pode ser controlada via manipulação molecular e variáveis de processamento. Tenacidade, dureza, cor e outras propriedades físicas podem ser reguladas ao se modificar seu peso molecular, distribuição do peso molecular e nível de ramificações, por exemplo [14].

Anualmente, o consumo de PE no mundo excede 30 milhões de toneladas, onde aproximadamente 35% é utilizado somente no mercado dos Estados Unidos. Polietileno de Alta Densidade, Baixa Densidade e Linear de Baixa Densidade são aqueles que suprem a maior parte da demanda mundial [14].

No Brasil, no ano de 2012, a demanda por polietileno foi afetada principalmente pelo fraco desempenho do mercado de embalagens flexíveis [15], porém, o mercado brasileiro de PE ganhou novo perfil em volume e qualidade, gerando maior oferta e tipos (grades) de melhor desempenho e produtividade para a indústria de transformação [16]. Cerca de 65% do mercado brasileiro de plásticos correspondem a poliolefinas (hidrocarbonetos não saturados), dos quais 43% correspondem a polietilenos, cujo mercado tem ritmo de crescimento duas vezes superior ao Produto Interno Bruto [17].

Entre 1999 e 2000, houve aumento de produção de mais de 150 mil toneladas (cerca de 10% da produção nacional). O mercado de polietileno linear avança sobre o polietileno de baixa densidade, cujas vendas estão estagnadas e a sua produção apresenta tendência de queda. Enquanto o volume de produção do polietileno linear de baixa densidade cresceu 25% entre 1999 e 2000 e o de alta densidade aumentou 17%, o de baixa densidade convencional caiu 2% [17].

### **2.1.1. PEAD e contexto histórico**

No final do século XIX, o químico alemão chamado Hans Von Pechmann observou um precipitado por acidente enquanto trabalhava com uma forma de metano em éter. Em 1900, os químicos alemães Eugen Bamberger e Friedrich Tschirner identificaram esse composto como polimetileno, um primo bem próximo do polietileno. Somente trinta anos depois, um resíduo

de alta densidade foi desenvolvido pelo químico americano Carl Shipp Marvel do *Institut du Pont de Nemours & Company, Inc.*, ao submeter o etileno a elevados níveis de pressão [10].

Trabalhando, assim, com o etileno em elevadas pressões, químicos britânicos Eric Fawcett e Reginald Gibson criaram uma forma sólida de polietileno em 1935. Sua primeira aplicação comercial foi durante a Segunda Guerra Mundial, quando os britânicos usaram esse material para isolar cabos de radares devido a restrições quanto ao uso de borrachas. Em 1953, Karl Ziegler do Instituto Kaiser Wilhelm (renomeado de Instituto Max Planck) e Erhard Holzkamp criaram o Polietileno de Alta Densidade. O processo envolvia o uso de catalisadores e baixa pressão, que é a base da formulação de variados compostos de polietileno. Dois anos depois, em 1955, PEAD foi produzido na forma de tubo. Devido ao sucesso de sua invenção, Ziegler foi premiado em 1963 com o Prêmio Nobel da Química [10].

### **2.1.2. Estrutura Molecular do PEAD**

O PEAD é um polímero altamente cristalino (grau de cristalinidade superior a 90%), ou seja, apresenta poucas zonas amorfas, com um baixo teor de ramificações e possuindo menos que uma cadeia lateral por 200 átomos de carbono da cadeia principal [16]. A estrutura cristalina lamelar dos PEADs é dobrada e os segmentos entre as dobras contêm cerca de 100 átomos de carbono. Para o PEBD, por exemplo, as cadeias são estendidas, com segmentos de cerca de 73 átomos de carbono na zona cristalina, ligados às zonas amorfas, que possuem dobras longas e terminais de cadeias [18].

A linearidade das cadeias e maior densidade do PEAD fazem com que a orientação, o alinhamento e o empacotamento das cadeias sejam mais eficientes e as forças intermoleculares (Van der Waals) agem de forma mais intensa [16].

O PEAD possui menos ramificações que o PEBD ou PEAD e uma maior proporção de cristais que resultam numa maior densidade e maior resistência (veja na Figura 8 a diferença estrutural, sobretudo no número de cadeias, entre PEAD e PEBD). O PEBD possui uma estrutura tanto com cadeias longas quanto curtas, com ramificações. Devido a isso, possui uma maior flexibilidade, porém menor resistência, que o PEAD que quase não possui ramificações. O PEBD difere do PEBD por possuir ramificações bem menores, que servem para inibir que as cadeias poliméricas fiquem muito amontoadas [10]. O PEUBD possui ramificações muito curtas em grande quantidade quando comparado ao PEBD. Estas diferenças podem ser observadas na Figura 9.

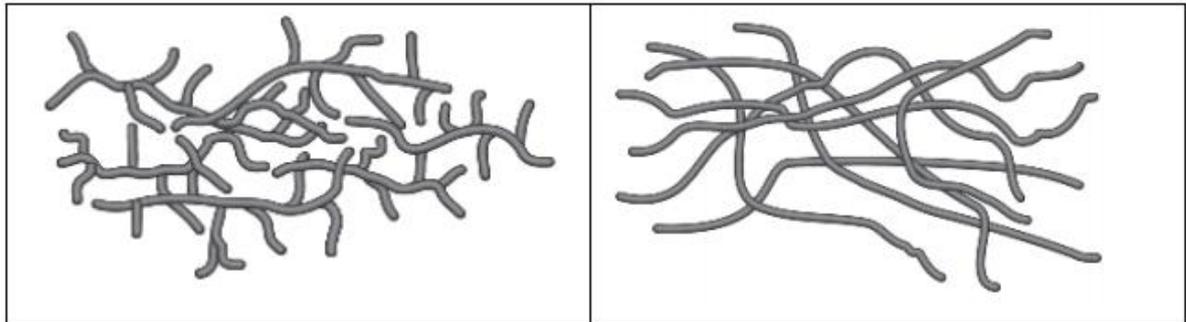


Figura 8 - À direita, PEBD com cadeias longas e curtas com várias ramificações. À esquerda, PEAD com suas cadeias longas e quase nenhuma ramificação [11].

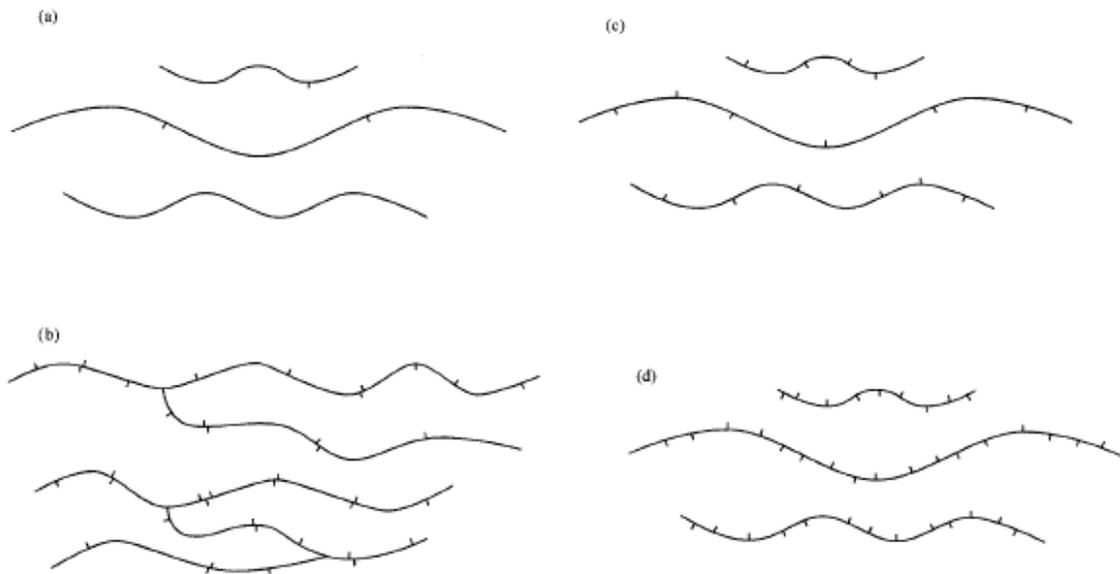


Figura 9 - Diferentes tipos de PE: (a) PEAD, (b) PEBD; (c) PELBD; (d) PEUBD [14].

### 2.1.3. Propriedades do PEAD

O PEAD é um material viscoelástico, logo, suas propriedades dependem do tempo ou da taxa de deformação. Isto significa que fenômenos tais como a relaxação e a fluência serão muito presentes durante a vida em serviço destes materiais e a intensidade destes fenômenos está ligada à estrutura química e molecular, ou seja, ligados ao tamanho e à forma de disposição das cadeias poliméricas do PEAD.

O tamanho e a distribuição das regiões cristalinas são determinantes para a resistência mecânica do material. O PEAD possui forças intermoleculares mais intensas que os outros polietilenos de menor densidade. Em consequência disso, esse polímero tem maior cristalinidade e seu ponto de fusão ocorrerá conseqüentemente numa maior temperatura [19].

A temperatura de transição vítrea deste polímero também tem relação direta com sua estrutura molecular, de forma que materiais mais cristalinos como o PEAD tem temperatura de transição mais alta que materiais menos cristalinos como o PEBD.

Isto ocorre porque as longas ramificações (maior emaranhamento e intensidade de forças intermoleculares) nos polímeros com menor cristalinidade reduzem a mobilidade molecular, aumentando o valor da temperatura de transição vítrea.

As características mecânicas e elétricas do PEAD podem ser vistas na Tabela 2. Note que em geral as propriedades elétricas são pouco afetadas pela densidade, pelo grau de ramificação e pelo peso molecular do polímero.

Todavia, as propriedades mecânicas são altamente dependentes destes fatores, pois são ligados à estrutura molecular do PEAD, inclusive do teor de ramificações, da estrutura morfológica e da orientação das cadeias [20].

O número, o tamanho e o tipo das cadeias poliméricas determinam, em grande parte, as propriedades de densidade, rigidez, resistência à tração, flexibilidade, dureza, fragilidade, alongamento, características de fluência e viscosidade do material, cujas propriedades são resultado dos processos de fabricação. Além disso, estas podem variar durante a vida em serviço do material [10].

O aumento no teor de ramificações tem o efeito de reduzir a cristalinidade do polímero, alterando características mecânicas tais como alongamento na ruptura e resistência à tração. A orientação das cadeias também está ligada à resistência do material, em que polietilenos de alta densidade bastante orientados são mais resistentes que os menos orientados, pois o grau de orientação aumenta o empacotamento das cadeias, tornando o polímero mais rígido.

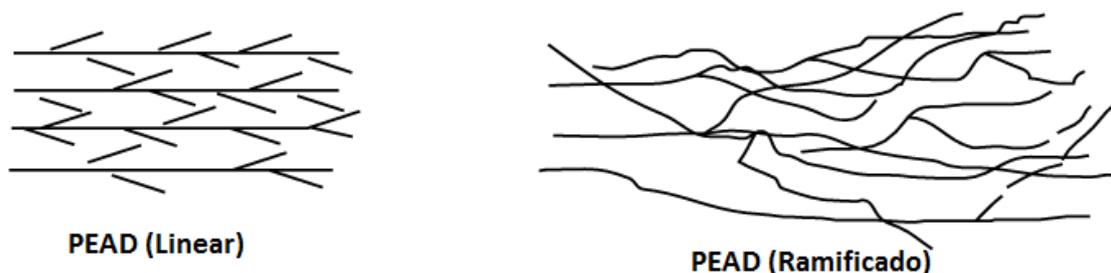
**Tabela 2 - Propriedades do PEAD [21].**

<b>Propriedades</b>	<b>Altamente linear</b>	<b>Baixo grau de ramificação</b>
Densidade, g/cm <sup>3</sup>	0,962 - 0,968	0,950 - 0,960
Índice de refração	1,54	1,53
Temperatura de fusão, °C	128 - 135	125 - 132
Temperatura de fragilidade, °C	-140 - -70	-140 - -70
Condutividade térmica, W/(m.K)	0,46 - 0,52	0,42 - 0,44
Calor de combustão, kJ/g	46,0	46,0
Constante dielétrica à 1 MHz	2,3 - 2,4	2,2 - 2,4
Resistividade superficial, Ω	10 <sup>15</sup>	10 <sup>15</sup>
Resistividade volumétrica, Ω.m	1017 - 1018	1017 - 1018
Resistência dielétrica, kV/mm	45 - 55	45 - 55
Ponto de escoamento, MPa	28 - 40	25 - 35
Módulo de tração, MPa	900 - 1200	800 - 900
Resistência à tração, MPa	25 - 45	20 - 40
Alongamento, %		
No ponto de escoamento	5 - 8	10 - 12
No ponto de ruptura	50 - 900	50 - 1200
Dureza		
Brinell, MPa	60 - 70	50 - 60
Rockwell	R55, D60 - D70	
Resistência ao cisalhamento, MPa	20 - 38	20 - 36

Para visualizar este efeito do grau de orientação, veja na Tabela 3 que PEAD linear tem menor alongamento limite que o PEAD Ziegler (com quase nenhuma ramificação), porém é mais rígido [21]. A estrutura destes dois tipos de polímeros pode ser observada na Figura 10, onde se nota que PEAD linear possui ramificações curtas e um nível de ordenação estrutural maior, resultando numa maior rigidez que o PEAD Ziegler, que tem cadeias menos empacotadas.

**Tabela 3 - Efeito das ramificações nas propriedades do PEAD [21].**

Propriedade	PEAD Linear ~ 1 CH <sub>3</sub> / 1000 carbonos		PEAD Ziegler, poucas ramificações, ~ 3 CH <sub>3</sub> / 1000 carbonos	
Índice de fluidez (MFI)	5	11	6	0,9
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	0,968	0,966	0,970	0,955
Ponto de escoamento (MPa)	33	31	29	29
Deformação no ponto de escoamento (%)	9	9	20	20
Resistência à tração (MPa)	20	30	22	30
Alongamento limite (%)	900	990	1000	1000
Módulo elástico (MPa)	1550	1400	1000	900
Resistência ao impacto (kJ/m <sup>2</sup> )	9	50	20	30



**Figura 10 - Diferença estrutural entre PEAD linear e PEAD ramificado [10].**

O peso molecular afeta as propriedades do PEAD devido ao seu efeito na cinética de cristalização, cristalinidade final e ao caráter morfológico da amostra. Na faixa de peso molecular entre 80.000 e 1.200.000, típica para PEAD comercial, no ensaio mecânico de tração sempre ocorre a formação do “pescoço” ao atingir a tensão de escoamento do material, apresentando comportamento dúctil. A resistência ao impacto também é afetada pelo peso molecular, pois materiais com baixo peso molecular são frágeis [16].

Outra característica do PEAD é a baixa reatividade química, pois as regiões mais reativas de suas moléculas são as duplas ligações finais e ligações CH terciárias em ramificações. Este polímero é estável em soluções alcalinas de qualquer concentração e estável em soluções salinas, ideal para aplicações na indústria de petróleo e gás. Este polímero também não é solúvel em nenhum solvente a temperatura ambiente, apesar de alguns xilenos causarem efeito de inchamento no material [16].

O PEAD é relativamente resistente ao calor (ponto de fusão em torno de 120°C) e é permeável a apenas alguns compostos orgânicos. Em altas temperaturas pode ocorrer ataque pelo oxigênio na macromolécula, reduzindo seu peso molecular e consequentemente afetando as propriedades mecânicas [16].

#### 2.1.4. Aplicações Industriais

Diferentes segmentos industriais de transformação de plásticos utilizam o PEAD como matéria-prima para obtenção de diversos produtos. Há três tipos de processamento bastante utilizados para transformação deste termoplástico no produto final, sendo estes o processamento de moldagem por sopro, por extrusão e de moldagem por injeção [16].

No processamento por extrusão, o PEAD é aplicado em isolamento de fios eletrônicos, revestimento de tubulações metálicas, tubos para rede de saneamento e de distribuição de gás (Figura 11), dutos para mineração e dragagem, etc. [16]. Neste processo, o polímero entra em fusão devido ao cisalhamento e aumento de temperatura resultante entre os “pellets” (ou grãos) dentro do equipamento graças à rotação proporcionada pela máquina. Assim, o material peletizado ou derretido passa por uma rosca (que provoca o aquecimento, cisalhamento e fusão do material) e a geometria do produto se dá pela saída da extrusora. A solidificação ocorre por sopro ou borrifadores de água.



Figura 11 - Instalação de duto de PEAD [22].

Inclusive, o processamento por extrusão é utilizado para introduzir nos *risers* flexíveis a camada de pressão (Figura 12) que garante a estanqueidade das camadas adjacentes ou para obter a capa externa protetora que evita o contato das camadas anteriores com o meio externo.



Figura 12 - Extrusão de PEAD para obtenção de capa externa de riser [1].

## 2.2. Viscoelasticidade e Modelos Reológicos

A estrutura molecular dos polímeros, ou seja, o fato de possuírem ou uma estrutura amorfa ou uma estrutura semicristalina incorpora uma componente significativa de desordem no material. Assim, em baixas temperaturas, quando o comportamento do material se torna bastante vítreo com relação à  $T_g$ , uma tensão aplicada abaixo do limite de escoamento produz regiões de volume livre cujas respostas mecânicas a essa tensão são dependentes do tempo [23].

Denominam-se estes materiais de Viscoelásticos, caracterizados pela existência de um comportamento intermediário entre o sólido elástico e o fluido newtoniano [24]. Portanto, nos materiais viscoelásticos, o comportamento mecânico será função de uma componente elástica e uma componente viscosa. A resposta mecânica destes materiais dependerá tanto da deformação quanto da taxa de deformação aplicada.

Materiais viscoelásticos experimentam os fenômenos de fluência e relaxação de tensão, que são associados à combinação dos efeitos elásticos e viscosos do material dependentes do tempo e da temperatura. É possível representar o comportamento mecânico resultante desta

combinação de efeitos por diversos modelos reológicos que se baseiam em associar uma mola, que representa a componente viscosa, e um amortecedor, que representa a parcela viscosa [24].

A importância do estudo da viscoelasticidade está relacionada à aplicação destes materiais em estruturas de engenharia, seja no projeto do componente ou em seu uso em um meio que contenha um material viscoelástico. Acidentes de operação podem ocorrer em razão de fenômenos como a fluência, decorrentes dessa característica viscoelástica do material (Figura 13).



**Figura 13 - Falha catastrófica em função da fluência de resina epóxi usada para ancoragem de parafusos em painéis de concreto [25].**

### **2.2.1. Elasticidade e Viscosidade**

O comportamento elástico é caracterizado pela recuperação total da forma original do material após a aplicação de uma tensão que provoca uma deformação do tipo elástica, sendo, portanto, chamada de deformação reversível com conservação de energia interna [24]. Este tipo de material, também chamado de corpo de Hook, pois eles obedecem à Lei de Hook, é representado por uma mola, cuja tensão  $\sigma(t)$  é proporcional à deformação  $\epsilon(t)$  (Equação 1). A Figura 14 mostra a representação deste material, cuja tensão e deformação são dependentes do tempo e E corresponde à constante da mola ou módulo elástico que independe do tempo.

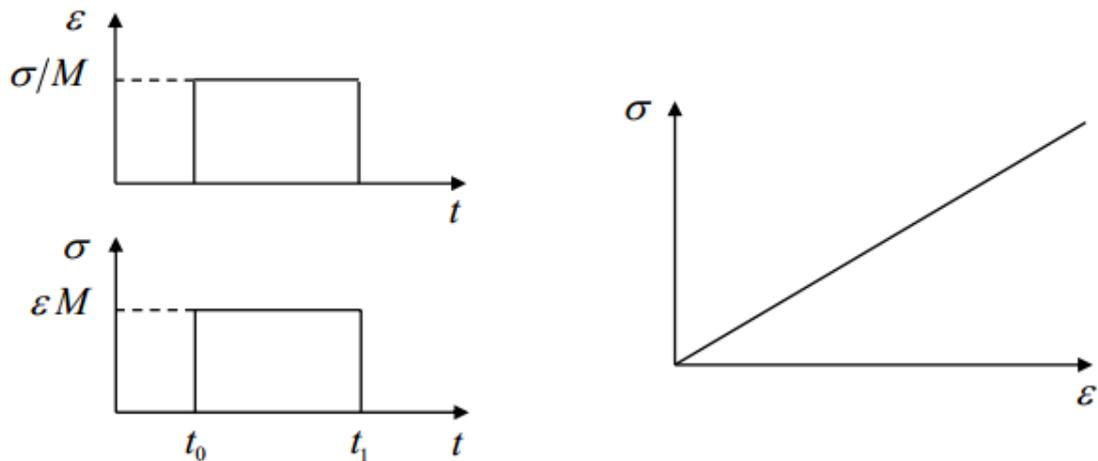
**Equação 1**

$$\sigma(t) = M\varepsilon(t)$$



**Figura 14 - Mola representando material elástico (corpo de Hook) adaptado de [26].**

A relação entre uma tensão constante aplicada num intervalo de tempo  $t_0$ - $t_1$  e a deformação com tempo é constante, logo o comportamento da tensão e da deformação será linear. Estas características para materiais Hookianos são observadas na Figura 15.



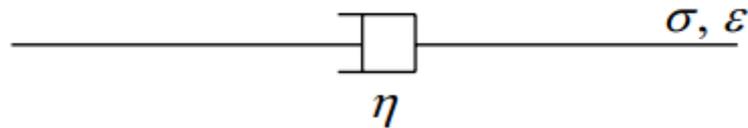
**Figura 15 - À esquerda, os diagramas de deformação ou de tensão em função do tempo. À direita, a relação linear entre tensão e deformação [26].**

O comportamento plástico ou viscoso representa a resistência que o material oferece ao escoamento, ou seja, é equivalente ao comportamento de um fluido viscoso quando se aplica neste um esforço [24]. Ao se retirar essa força, o material para de escoar. Este tipo resposta a uma solicitação mecânica é comum aos fluidos que são substâncias que se deformam continuamente sob a ação de qualquer tensão cisalhante. A viscosidade não considera a estrutura molecular do fluido, que possui um alto grau de desordem estrutural [26].

Para materiais com comportamento newtoniano, ou seja, cujo comportamento é descrito pela Lei de Newton, a tensão aplicada  $\sigma(t)$  será proporcional à taxa de deformação  $\dot{\epsilon}(t)$ , cujo coeficiente de proporcionalidade será a viscosidade  $\eta$  que mede o grau de resistência ao cisalhamento do fluido, sendo o parâmetro característico para a descrição da curva de deformação dos materiais viscosos. Este comportamento é descrito pela Equação 2 e a Figura 16 mostra a representação de um amortecedor que caracteriza o material viscoelástico.

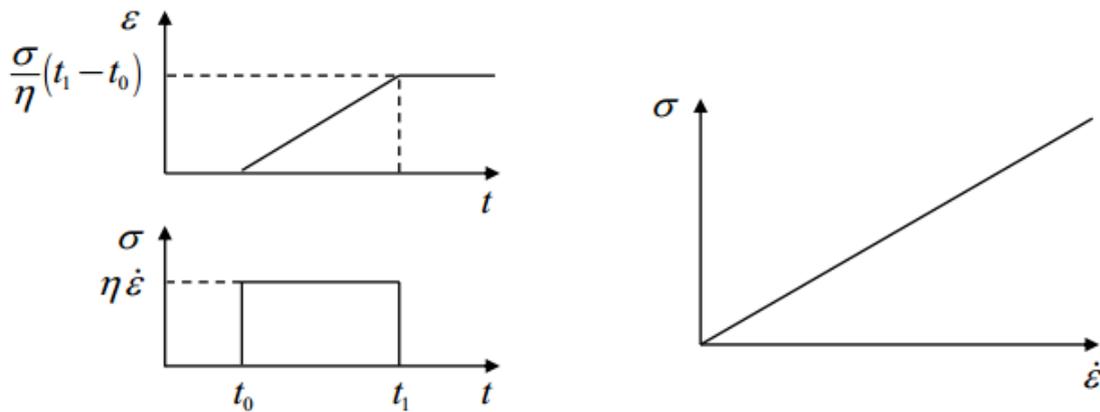
**Equação 2**

$$\sigma(t) = \eta \dot{\epsilon}(t)$$



**Figura 16 - Modelo de amortecedor [26].**

As curvas a seguir na Figura 17 descrevem o comportamento da deformação e de uma tensão constante aplicada num intervalo de tempo  $t_0$ - $t_1$  em função do tempo. Note que a deformação tem um comportamento linear até certo ponto em que se torna constante com o tempo.



**Figura 17 - À esquerda, comportamento da deformação e da tensão para materiais viscosos. À direita, relação linear entre tensão e taxa de deformação [26].**

### 2.2.2. Fluência em materiais viscoelásticos

O fenômeno de fluência é caracterizado pela deformação lenta e contínua do material ao longo do tempo ao se aplicar uma tensão. Logo, ao aplicar uma carga constante no material, a deformação aumentará com o tempo. Quando o esforço for retirado, o material levará um tempo para recuperar sua forma original. Geralmente, a fluência é um fenômeno que ocorre em altas temperaturas e dependente do tempo para materiais metálicos [24].

No caso dos metais, a fluência é dividida em três estágios [27]. O estágio primário caracteriza uma taxa de deformação crescente; o estágio secundário caracteriza uma taxa de deformação praticamente constante; e o estágio terciário caracteriza uma deformação crescente que leva à ruptura do material. Este comportamento é observado na Figura 18.

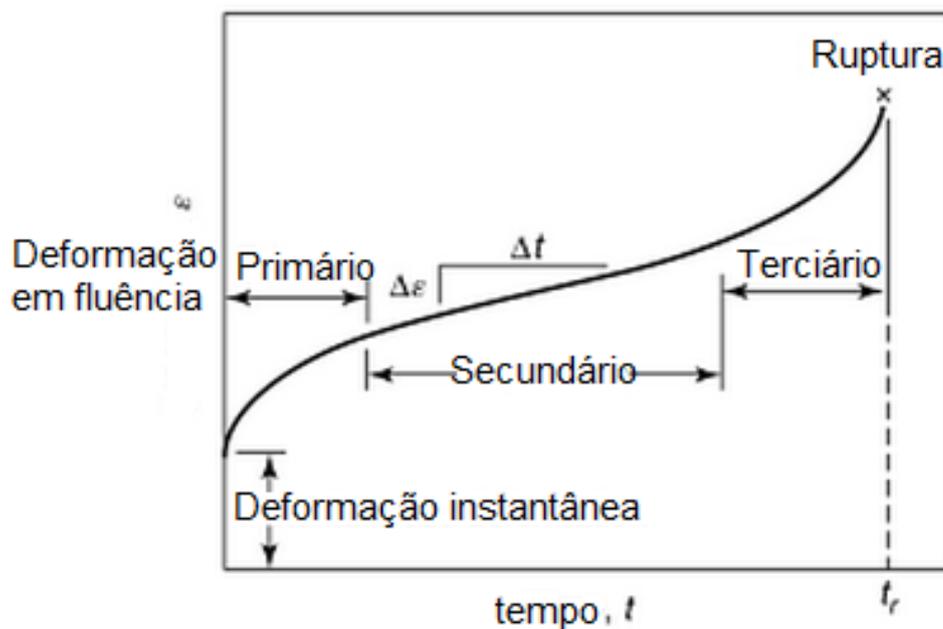


Figura 18 - Curva típica de fluência para materiais metálicos (adaptado de [27]).

Materiais viscoelásticos geralmente não exibem o segundo estágio da fluência, de forma que a fluência se inicia a uma taxa muito rápida, imediatamente após o carregamento, e progride a uma taxa continuamente decrescente até que o material volte à forma original. Este comportamento é descrito pela curva na (Figura 19), em que ao se aplicar uma tensão constante num intervalo de tempo  $t_0$ - $t_1$ , o material se deforma continuamente até que seja retirado este esforço. Após  $t_1$ , o material leva um tempo para voltar à forma original.

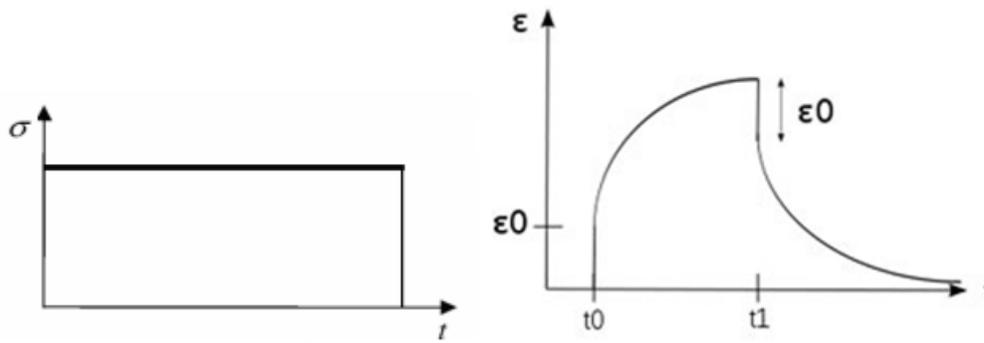


Figura 19 - À esquerda, tensão aplicada constante com o tempo. À direita, curva de fluência típica para material viscoelástico [24, 25].

### 2.2.3. Relaxação de tensões em materiais viscoelásticos

O fenômeno de relaxação de tensões é definido como o alívio de tensões internas para manter um nível de deformação constante no material. A curva a seguir (Figura 20) demonstra esse tipo de comportamento. Note que ao manter o material em um determinado nível de deformação, as tensões no material decrescem com o tempo. No final da curva, esta tem uma tendência a ficar horizontal, fato que indica que a tensão não muda ao atingir determinado nível de equilíbrio [24].

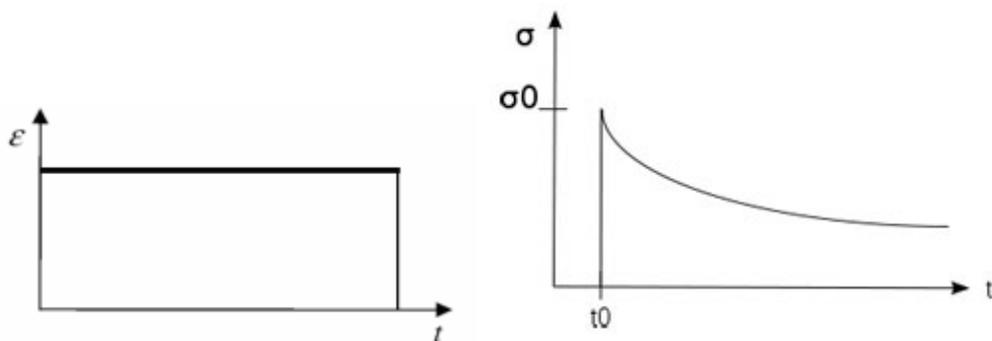


Figura 20 - À esquerda, nível de deformação constante aplicada com o tempo. À direita, curva típica de relaxação de material viscoelástico [24, 25].

Um material perfeitamente elástico teria tanto a tensão quanto a deformação constante com o tempo. Porém, o material viscoelástico tem esse valor de tensão reduzido monotonicamente a partir do instante inicial, tendendo a um valor limite de equilíbrio.

#### 2.2.4. Relação entre Viscoelasticidade e fenômenos de Fluência e Relaxação

Para materiais viscoelásticos, a fluência e a relaxação são resultantes de um mesmo tipo de mecanismo molecular, por isto esses dois fenômenos podem ser correlacionados o valor da função de fluência  $J(t)$  (Equação 3) com o módulo de relaxação  $G(t)$  (Equação 4). No caso de materiais viscoelásticos lineares, esses valores são inversos entre si (Equação 5) [28].

##### Equação 3

$$J(t) = \frac{\varepsilon_c(t)}{\sigma_o} = \frac{\varepsilon - \varepsilon_o}{\sigma_o}$$

##### Equação 4

$$\bar{G}(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_o}$$

##### Equação 5

$$J(t) = \frac{1}{\bar{G}(t)}$$

Para os outros tipos de materiais viscoelásticos, essa relação não é facilmente obtida, pois o processo de relaxação ocorre de forma mais rápida do que o equilíbrio de forças do teste de fluência [24]. Dessa forma, há diversos modelos não-lineares propostos na literatura para descrever essa relação com viscoelasticidade não-linear, como a Lei Constitutiva de Fung [29]. Porém, o modelo de viscoelasticidade linear proposto acima é uma forma de aproximação bastante utilizada em aplicações de engenharia.

#### 2.2.5. Modelos Reológicos

Os modelos reológicos mais simples que descrevem o comportamento viscoelástico linear são os modelos de Maxwell e de Voigt [30]. Ressalta-se que as formulações desses modelos são válidas apenas para pequenos níveis de deformação, tais que o comportamento mecânico do polímero seja viscoelástico linear. Os modelos incorporam tanto a componente

elástica, representada pelo módulo de Young  $E$ , que obedece à Lei de Hook, quanto a componente viscosidade, representada pela viscosidade  $\eta$ , obedecendo à Lei de Newton.

Os modelos propostos envolvem diferentes combinações destes componentes elástico e viscoso, seja em série quanto em paralelo. O campo de validade destes modelos, ou seja, se eles realmente descrevem o comportamento do polímero sob determinado fenômeno (fluência ou relaxação de tensões), dependerá da análise da resposta mecânica fornecida ao se aplicar uma tensão ou deformação no material [30].

• **Modelo de Maxwell:** o modelo proposto por Maxwell descreve o comportamento mecânico em função do tempo para materiais viscoelásticos [30]. Ele consiste na associação de uma mola com um amortecedor em série, conforme Figura 21.



Figura 21 - Modelo de associação em série de Maxwell [30].

Ao se aplicar uma tensão na  $\sigma$  estrutura, a resposta da deformação no sistema será a soma de deformações na mola e amortecedor, ou seja, será da forma da Equação 6:

**Equação 6**

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2$$

Onde  $\varepsilon_1$  é a deformação na mola e  $\varepsilon_2$  é a deformação no amortecedor. Como os elementos do sistema estão em série, a tensão na mola ( $\sigma_1$ ) será a mesma no amortecedor ( $\sigma_2$ ).

Logo, obtém-se a Equação 7:

**Equação 7**

$$\sigma = \sigma_1 = \sigma_2$$

As equações que definem o comportamento elástico (Equação 1 - derivada em relação ao tempo) e o comportamento viscoso (Equação 2) são rerepresentadas a seguir:

**Equação 1**

$$\frac{d\sigma}{dt} = E \frac{d\varepsilon_1}{dt}$$

**Equação 2**

$$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon_2}{dt}$$

Derivando a Equação 6 em relação ao tempo, obtém-se a Equação 8:

**Equação 8**

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{d\varepsilon_1}{dt} + \frac{d\varepsilon_2}{dt}$$

Logo:

**Equação 9**

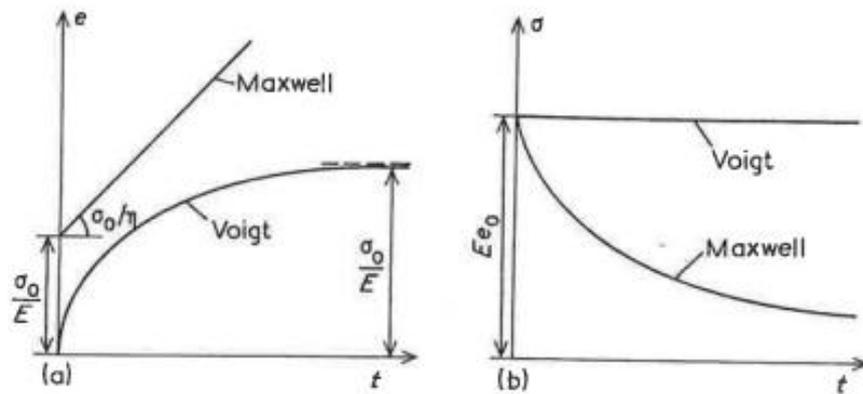
$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta}$$

A Equação 9 define o comportamento mecânico do material viscoelástico. Observa-se que no caso de fluência, ou seja, quando a tensão aplicada é constante com o tempo, temos:

**Equação 10**

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\sigma}{\eta}$$

A Equação 10 prevê o escoamento newtoniano, ou seja, a taxa de deformação crescerá linearmente com o tempo neste caso, fato que não descreve o comportamento de um material viscoelástico, pois neste caso a taxa de deformação tem que ser decrescente com o tempo. Veja na Figura 22 que para o caso de fluência, a deformação cresce continuamente com o tempo a uma taxa constante pelo modelo, contrariando a realidade em que a taxa de deformação decresce com o tempo [30].



**Figura 22 - Comportamento de materiais viscoelásticos em função do tempo para casos de fluência (à esquerda) e relaxação de tensões (à direita) [30].**

Porém, o modelo de Maxwell descreve melhor o fenômeno de relaxação de tensões. Neste caso, num nível de deformação constante, tem-se que a taxa de deformação é nula. Logo, obtém-se a Equação 11 para o caso de relaxação de tensões:

**Equação 11**

$$0 = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta} \quad \dots \quad \frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{E}{\eta} dt \quad \text{onde} \quad \frac{E}{\eta} = \tau_0$$

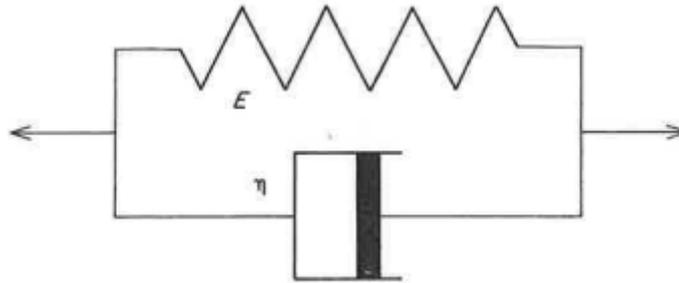
Resolvendo a equação diferencial, obtemos a Equação 12:

**Equação 12**

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(-\frac{Et}{\eta}\right) = \sigma_0 \exp(-\tau_0 t)$$

A Equação 12 prevê uma queda exponencial da tensão com o tempo, representando melhor o comportamento do polímero em relaxação de tensões quando comparado ao caso em fluência. O único problema do modelo é que ele prevê que o nível de tensões se anulará após longo período de tempo, fato que não se verifica em casos reais que se chega a um nível de tensões de equilíbrio após um grande intervalo de tempo. Veja na Figura 22 que o modelo do comportamento do material em relaxação é similar ao comportamento real [30].

• **Modelo de Voigt:** o modelo proposto por Voigt, também chamado de Modelo de Kelvin, consiste na associação dos mesmos elementos de Maxwell, porém combinados em paralelo (Figura 23).



**Figura 23 - Associação de mola e amortecedor em paralelo, segundo modelo de Voigt [30].**

Conseqüentemente, as deformações elástica e viscosa serão iguais no sistema, ou seja, temos pela Equação 13 que:

**Equação 13**

$$\epsilon = \epsilon_1 = \epsilon_2$$

Além disso, a tensão resultante do sistema será a soma das tensões presentes no amortecedor e na mola, logo, tem-se a Equação 14:

**Equação 14**

$$\sigma = \sigma_1 + \sigma_2$$

E enfim, a partir da Equação 1 e Equação 2, ao derivar a Equação 13 em relação ao tempo, tem-se a Equação 15:

**Equação 15**

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{\sigma}{\eta} - \frac{E\epsilon}{\eta}$$

A um nível de tensões constantes, ou seja, no caso de fluência em que  $\sigma = \sigma_0$ :

**Equação 16**

$$\frac{d\varepsilon}{dt} + \frac{E\varepsilon}{\eta} = \frac{\sigma_0}{\eta} \dots \varepsilon = \frac{\sigma_0}{E} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{Et}{\eta}\right) \right] = \varepsilon = \frac{\sigma_0}{E} [1 - \exp(-\tau_0 t)]$$

Este modelo é representado pela curva à esquerda na Figura 22 e corresponde ao comportamento do polímero em fluência. Veja que ao longo do tempo, ocorre uma queda na taxa de deformação e a deformação tende a um valor limite  $\sigma_0/E$  em um longo período de tempo, fato que semelhante à realidade. Todavia, o modelo falha ao descrever o fenômeno de relaxação de tensões, pois, como observado na Figura 22, à direita, num nível de deformação constante, a taxa de deformação é nula e conseqüentemente, pela Equação 15, obtém-se uma relação linear entre tensão e deformação, fato que não se observa na realidade [30].

## **2.3. Transição Vítreia ( $T_g$ ) e Ensaio Dínamo-Mecânicos**

### **2.3.1. Resposta de materiais viscoelásticos a cargas cíclicas**

Nas seções anteriores, a resposta de materiais viscoelásticos sujeitos a cargas e deformações constantes foi analisada. Porém, esses materiais também podem ser sujeitos a solicitações cíclicas, a um determinado nível de força e de frequência de oscilação. Para este tipo de análise, considera-se a carga  $\sigma(t)$  como função do tempo  $t$ , na forma da Equação 17, onde  $\sigma_0$  é a amplitude de carga e  $\omega$  é a frequência.

**Equação 17**

$$\sigma(t) = \sigma_0 \text{sen}(\omega t)$$

Para um material elástico, ou seja, que obedeça à Lei de Hook, a deformação  $\varepsilon(t)$  como função do tempo  $t$  é dada de forma similar, pela Equação 18:

**Equação 18**

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \text{sen}(\omega t)$$

Quando o material tem um comportamento elástico, a tensão e a deformação estão em fase. Porém, para materiais viscoelásticos, a situação é diferente. A deformação é defasada em relação à tensão, por exemplo, durante a fluência do polímero [30].

Essa defasagem é considerada como um processo de amortecimento do material [30] e a tensão  $\sigma(t)$  que descreve o comportamento do material viscoelástico sob vibração é dada na Equação 19. A equação da deformação é similar ao caso elástico (Equação 18).

#### Equação 19

$$\sigma(t) = \sigma_0 \text{sen}(\omega t + \delta)$$

Onde  $\delta$  representa o ângulo de defasagem entre a tensão e a deformação. A Equação 19 pode ser reescrita na forma da Equação 20.

#### Equação 20

$$\sigma(t) = \sigma_0 \text{sen}(\omega t) \cos \delta + \sigma_0 \cos(\omega t) \text{sen} \delta$$

Dessa forma, a tensão pode ser dividida em duas componentes:  $\sigma_0 \text{sen}(\omega t) \cos \delta$ , que está em com a deformação e  $\sigma_0 \cos(\omega t) \text{sen} \delta$  que é defasada em relação à deformação em  $90^\circ$ . Assim, definem-se os seguintes módulos [30]:

- $E_1 = \sigma_0 \cos \delta$ : Módulo de Armazenamento - em fase com a deformação, representa a recuperação elástica durante ciclagem;
- $E_2 = \sigma_0 \text{sen} \delta$ : Módulo de Perda -  $90^\circ$  fora de fase com a deformação, representa a perda energética (geração de calor) durante o amortecimento;
- $\tan \delta = E_2 / E_1$  - é o ângulo de defasagem.

Esses parâmetros acima auxiliam na caracterização estrutural do polímero. Eles podem ser determinados a partir de ensaios Dínamo-Mecânicos (*Dinamical-Mechanical Testing* - DMA) [31]. Geralmente,  $\tan \delta$  e  $E_2$  possuem baixos valores para muito elevadas e muito baixas frequências e os resultados dos ensaios aparecem na forma de picos.  $E_1$  comumente é elevado em altas frequências, denunciando um comportamento rígido do material, enquanto que é baixo para baixas frequências, denunciando um comportamento mais próximo ao de borrachas [30].

### 2.3.2. Transição Vítre

Para materiais viscoelásticos, há uma grande dependência entre frequência de trabalho e temperatura. A importância de se realizar um estudo deste tipo de dependência da frequência com as propriedades dínamo-mecânicas é que se torna possível relacionar os picos  $E_2$  e  $\tan\delta$  a tipos particulares de movimentações moleculares nos polímeros [30].

Os picos são efeitos de amortecimento durante a ciclagem e ocorrem na frequência de mesma movimentação molecular na estrutura polimérica. Na Figura 24 é possível observar que em materiais amorfos, a certa temperatura, o comportamento do material quanto a sua rigidez muda de forma brusca, em que abaixo desta temperatura ele assume comportamento rígido. Polímeros semicristalinos também exibem esse efeito de maneira menos brusca.

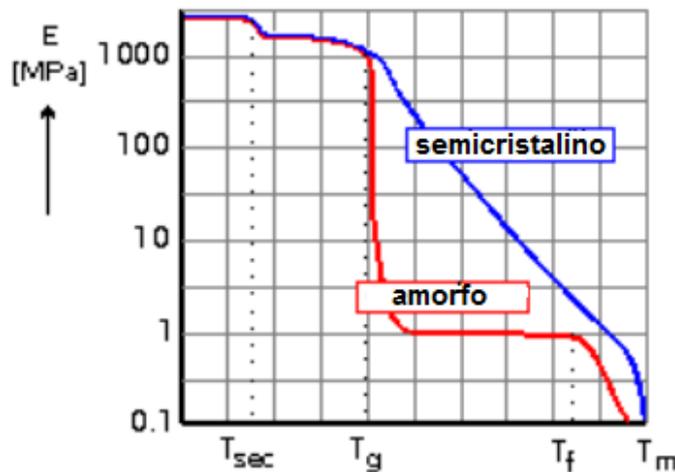


Figura 24 - Dependência da rigidez ( $E$ ) com a temperatura para diferentes polímeros (adaptado de [31]).

Esse efeito de amortecimento no material a um determinado nível de vibração se chama Transição Vítre ou  $T_g$  (*Glass Transition*). Na  $T_g$  há um grande aumento de volume livre no material, fato que permite maior movimentação molecular [30]. Abaixo da  $T_g$ , as cadeias tem baixa movimentação, como se estivessem congeladas, caracterizando um estado mais rígido, enquanto que acima da  $T_g$ , a transição corresponde à maior movimentação das cadeias.

Pode ocorrer ressonância no material quando a frequência de vibração se iguala à frequência natural de vibração da cadeia principal. Em elevadas frequências, não há tempo suficiente para as cadeias se descompactarem de forma que o material fica rígido. Em baixas frequências, as cadeias tem esse tempo e o comportamento do material fica mais próximo ao da borracha. Picos em  $E_2$  podem ser obtidos na temperatura de fusão de polímeros semicristalinos devido a uma maior liberdade de movimentação molecular [30].

Há outros tipos de movimentação molecular além das cadeias principais. Pode ocorrer rotação de grupos laterais, por exemplo, observados em diferentes níveis de frequência. Assim, picos secundários podem ser observados em  $E_2$  e  $\tan\delta$ .

### 2.3.3. Ensaios Dínamo-Mecânicos

Os ensaios dínamo-mecânicos são uma técnica muito utilizada para a caracterização estrutural de polímeros [30]. Neste ensaio, um corpo de prova é sujeito a uma solicitação cíclica e a máquina de ensaio (Figura 25) coleta as informações com base em perdas energéticas, oriundas do amortecimento, e em recuperações elásticas, durante varredura de temperatura a frequência constante ou em varredura de frequência a temperatura constante.

O teste resulta em curvas dos ensaios que apresentam o módulo de armazenamento, de perda e  $\tan\delta$  em função da temperatura ou da frequência, dependendo do tipo de teste. Na Figura 26 se observam curvas resultantes de ensaios DMA de PEAD, polipropileno (PP) e um compósito destes (EPDM). Os primeiros picos de  $E_2$  evidenciam a temperatura de transição vítrea do material, para o PEAD em  $-125^\circ\text{C}$  aproximadamente. Os outros picos mostram transições secundárias [31]. O valor de Tg também corresponde ao primeiro máximo da curva  $\tan\delta$ .

A frequência que a Tg e transições secundárias ocorrem dependem da temperatura de teste, assim como da estrutura do polímero. Do ponto de vista prático, é mais fácil manter a frequência constante e varrer a temperatura do que varrer a frequência e manter a temperatura constante. Porém, a vantagem da varredura em frequência a temperatura ambiente, por exemplo, é a possibilidade de determinar a qual frequência o material apresenta comportamento rígido [30].



Figura 25 - Dispositivo experimental para ensaios DMA.

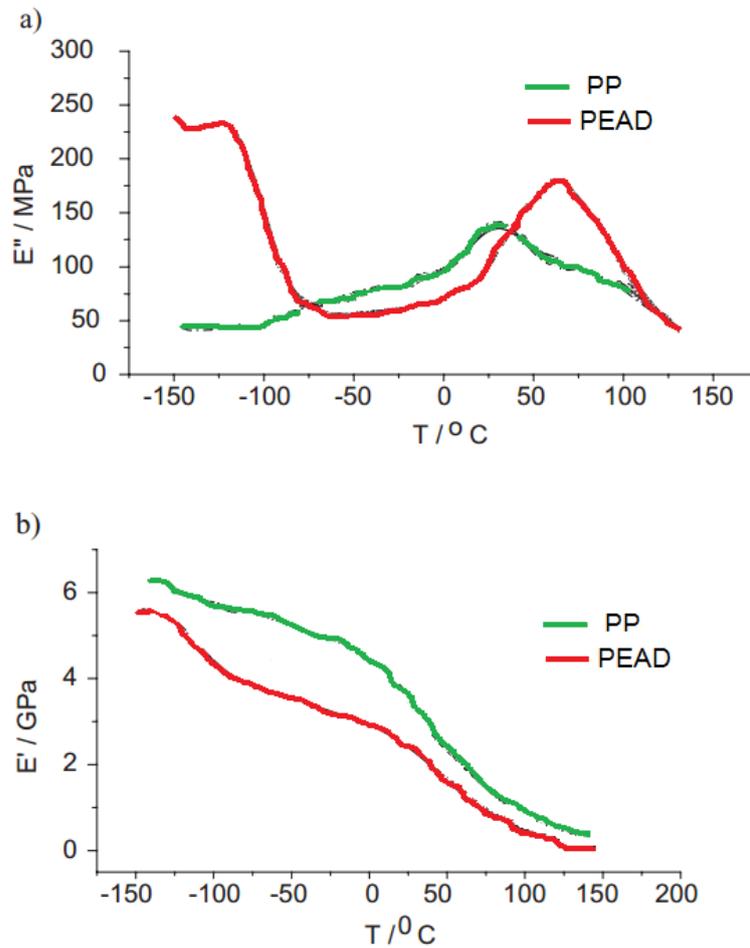


Figura 26 - Resultados dos ensaios para PEAD e PP (adaptado de [32]).

## 2.4. Mecânica da Fratura

A fratura é definida como a criação de novas superfícies em um corpo devido à aplicação de forças externas [30] ou por tensões residuais existentes no interior da estrutura. A fratura pode ser do tipo frágil, que geralmente leva à falha catastrófica, ou do tipo dúctil, que leva ao colapso plástico [33].

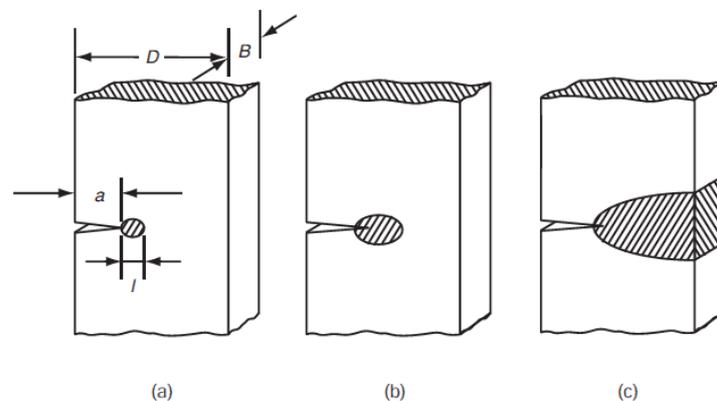
Nas aplicações de engenharia, evita-se a fratura frágil, pois ela acontece de forma repentina e catastrófica. A tensão de projeto (baseada no conceito de falha por escoamento ou por fratura, relacionada às características do material) de uma estrutura é baseada na tensão de escoamento dividida por um fator de segurança. Porém, a presença de defeitos no material serve como pontos concentradores de tensão que restringem a deformação plástica e,

consequentemente, levam o componente à falha num valor de tensão abaixo daquele especificado como tensão máxima de projeto.

Portanto, o objetivo da Mecânica de Fratura é avaliar, através das metodologias e ferramentas matemáticas existentes, se um componente irá falhar em determinado nível de tensões na presença de defeitos nesse componente, definindo-se um tamanho crítico de defeito. As ferramentas matemáticas fornecem conceitos e equações que mostram de que forma ocorre o crescimento da trinca e se seu tamanho afeta a integridade da estrutura [33]. Há duas metodologias bastante conhecidas e utilizadas:

- **Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE):** metodologia aplicada durante o regime linear elástico de fratura, ditado pela espessura, ou seja, se o material se encontra num estado plano de deformações (estado triaxial de tensões) e quando não há deformação plástica apreciável em relação ao tamanho da trinca;
- **Mecânica da Fratura Elastoplástica (MFEP):** metodologia correspondente ao estado plano de tensões (biaxial de tensões), quando a plastificação na ponta da trinca é grande em relação ao tamanho da trinca.

A Figura 27 mostra a evolução gradual da zona plástica na ponta de um entalhe. Note que quando há pequeno escoamento (Figura 27-a), a metodologia de Mecânica da Fratura Linear Elástica pode ser utilizada. Porém, à medida que essa zona se torna maior e há deformação plástica apreciável (Figura 27 b e c), aplica-se a metodologia de Mecânica da Fratura Elastoplástica, cujos métodos de avaliação são as técnicas de CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) ou Integral J.



**Figura 27 - Na figura (a), zona de escoamento pequena em relação ao tamanho da trinca. Em (b), zona plastificada razoável e em (c), zona totalmente plastificada a partir da ponta da trinca [23].**

### 2.4.1. Fator Concentração de Tensões (K)

Inglis [34], em 1913, quantificou os efeitos da concentração de tensões gerados por entalhes de geometria elíptica em placas planas. O fator concentração de tensões (K) é um fator adimensional associado a uma descontinuidade geométrica no material, de forma que ele fornece o nível de tensões máximas efetiva na região da descontinuidade, em função da tensão nominal atuante na estrutura [33], ou seja, o quanto as tensões são concentradas em determinada região da descontinuidade. O fator K é definido pela Equação 21. Concentradores de tensão podem ser rasgos, riscos, cantos vivos, etc.

#### Equação 21

$$K = \frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_a}$$

Onde:

- $\sigma_a$ : tensão aplicada na estrutura ou tensão nominal;
- $\sigma_{\text{máx}}$ : tensão máxima na extremidade da descontinuidade.

Ao aplicar uma tensão em um material com uma descontinuidade de geometria elíptica, Inglis demonstrou que a tensão será aumentada nas suas extremidades de acordo com a Equação 22 [35]:

#### Equação 22

$$K = \frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_a} = 1 + 2 \left( \frac{a}{b} \right)$$

Onde:

- a: semieixo normal ao carregamento;
- b: semieixo paralelo ao carregamento.

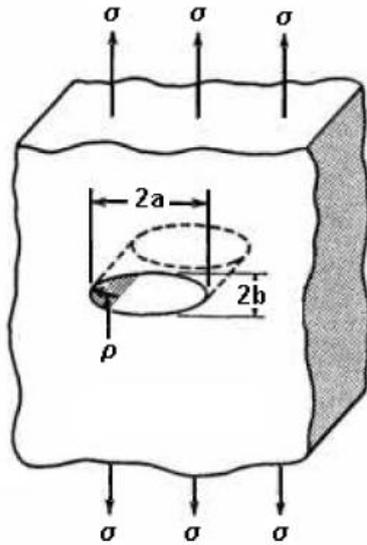


Figura 28 - Corpo com furo elíptico concentrador de tensões na extremidade da descontinuidade [33].

A maioria dos defeitos pode ser descrita com geometria elíptica. Assim, define-se o raio de curvatura ( $\rho$ ) da descontinuidade pela Equação 23:

**Equação 23**

$$\rho = \frac{b^2}{a}$$

O raio de curvatura é um fator que mede a magnitude da curvatura de um objeto geométrico como uma curva ou superfície, ou seja, o quão curvo é o objeto em questão. Note que para defeitos circulares, ou seja, que  $a=b$ , o valor de  $K$  é 3, logo o efeito concentrador de tensões na região com a descontinuidade será 3 vezes maior que a tensão nominal. Quando o raio de curvatura tende ao valor nulo, o defeito é dito perfeitamente planar. Assim, a Equação 22 pode ser reescrita como a Equação 24 [33]:

**Equação 24**

$$\frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_a} = 1 + 2 \left( \frac{a}{\sqrt{a\rho}} \right) = 1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}}$$

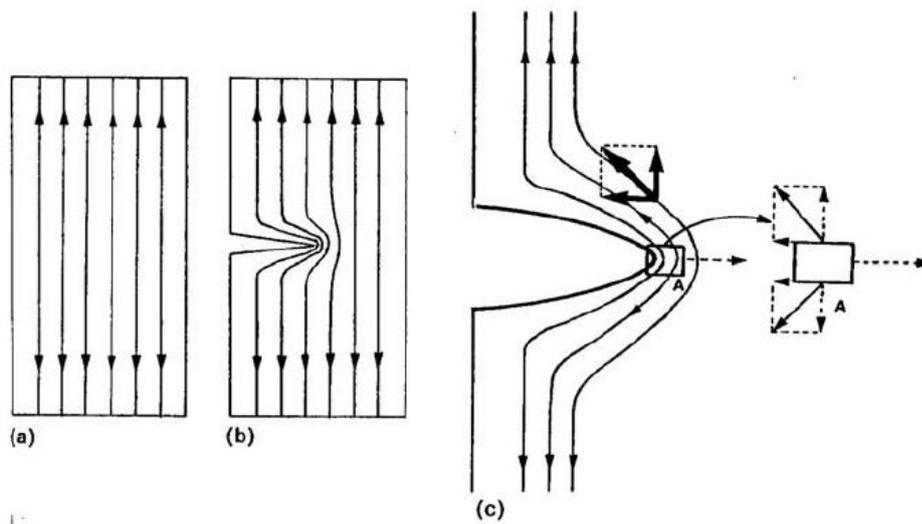
Como, geralmente,  $a \gg \rho$  para a maioria das descontinuidades encontradas em problemas de engenharia, ou seja, raio de curvatura bem menor que o tamanho da trinca, a Equação 25 faz uma aproximação que quantifica a tensão máxima gerada nas extremidades do

defeito em razão da existência de um concentrador de tensões local (K) que descreve o efeito da geometria da trinca no nível de tensões [33]:

**Equação 25**

$$\sigma_{\text{máx}} = 2\sigma_a \sqrt{\frac{a}{\rho}} = \sigma_a K \quad \dots \quad K = 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}}$$

A Figura 29 analisa o efeito concentrador de tensões em um corpo devido à existência de um defeito a partir do conceito de linhas de carga/força. Note que Figura 29-a a ausência de defeitos não perturba as linhas de tensão oriundas da aplicação de uma carga na estrutura. Porém, na Figura 29-b, a presença de um defeito concentra as tensões em seu entorno, causando um efeito multiplicador que aumenta o nível de tensões local. Na Figura 29-c, observa-se a decomposição das tensões locais (componentes das tensões  $\sigma_x$  e  $\sigma_y$ ).



**Figura 29 - Efeito concentrador de tensões devido à existência de uma descontinuidade local [36].**

#### 2.4.2. Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE)

O efeito da concentração de tensões, segundo a proposta de Inglis [37], diz que quanto mais afiado for o entalhe (menor raio de curvatura da descontinuidade geométrica), maior será o efeito concentrador de tensões. Porém, quando o raio de curvatura for nulo, ou seja, quando esta descontinuidade for uma trinca, pela Equação 25, observa-se que o fator concentração de

tensões tende ao infinito. Logo, qualquer valor de tensão nominal na presença de uma trinca levaria à ruptura, o que não é verdade afinal os materiais deformam plasticamente.

Assim, Griffith [37], em 1921, propôs a aproximação de um balanço energético durante a propagação de trincas em materiais frágeis, fato que significou um grande avanço no entendimento do efeito da presença de trincas em um material. Com um modelo de placa com furo elíptico similar ao de Inglis, Griffith obteve uma aproximação energética para a tensão de fratura para materiais frágeis [35].

Segundo Griffith, a presença de uma trinca aumenta a energia de superfície e há um decréscimo de energia potencial relacionado à liberação de energia elástica armazenada e trabalho realizado por forças externas durante sua propagação. Assim, a trinca cresce se a energia fornecida pelo sistema aumentar a energia para criação de novas superfícies.

Além disso, em materiais frágeis, a trinca se propaga de forma instável se a energia de deformação liberada durante o avanço de um comprimento infinitesimal for maior que a energia requerida para formar uma nova superfície de trinca, isto é, a energia necessária para romper a coesão entre os átomos à frente da trinca [38]. Assim, Griffith propôs a tensão de fratura (Equação 26) para materiais frágeis, cuja trinca se propaga no regime linear elástico, e Irwin e Orowan [38] propuseram uma correção da tensão de fratura para materiais que atingiam o regime plástico, pela Equação 27.

#### Equação 26

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}}$$

#### Equação 27

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a(1 - \nu^2)}}$$

Onde:

- $\sigma$ : tensão de fratura;
- E: Módulo de Young;
- $\gamma_s$ : energia elástica de superfície do material;
- a: tamanho da trinca;
- $\nu$ : constante de Poisson.

Assim, conforme estado de tensões desenvolvido (biaxial ou triaxial), baseado nas análises de tensões de Inglis para placas com furos elípticos, é possível analisar a partir de um balanço energético o nível de tensões desenvolvido em razão da presença de um defeito.

A aproximação de Griffith assume que a tensão de fratura é controlada pelo tamanho dos defeitos presentes no material [30], logo sua resistência pode aumentar a partir da redução do tamanho (parâmetro “a” na equação) desses defeitos.

Ressalta-se que Griffith fez uma análise para um material possuindo uma trinca aguda, ou seja, com raio de curvatura quase nulo, embora nas equações não exista um termo correspondente ao raio de curvatura. Há uma dedução do valor de raio de curvatura “ρ” em função da distância interatômica.

O valor de  $\gamma_s$  é geralmente maior que a real energia de superfície do material porque há outros processos de absorção de energia ocorrendo durante o processo de propagação da trinca. Dessa forma, é conveniente substituir o termo  $2\gamma$  na Equação 26 por  $G_c$  que representa o trabalho total realizado no processo de fratura, isto é, a taxa de liberação de energia elástica durante a propagação da trinca [30]. Assim, pela Equação 28:

**Equação 28**

$$\sigma = \sqrt{\frac{EG_c}{\pi a}}$$

$G_c$  fornece um valor crítico o qual a fratura ocorre, além da energia absorvida pelo sistema para que a trinca propague no material. A Equação 28 prevê a tensão crítica e o tamanho crítico de trinca o qual começa a propagação do defeito de forma instável. A falha segundo o critério definido pela Equação 29 abaixo:

**Equação 29**

$$K_c = \sigma\sqrt{\pi a} = \sqrt{EG_c}$$

Onde se define  $K_c$  como o fator intensidade crítica de tensões ou tenacidade à fratura, já que caracteriza a resistência à propagação de trincas e depende da tensão, do tamanho da trinca e das dimensões do material.  $K_c$  e  $G_c$  são os principais parâmetros usados na Mecânica de Fratura Linear Elástica e somente se aplicam se o material tiver comportamento linear

elástico e seu escoamento ocorrer confinado a uma pequena região na vizinhança da ponta da trinca [30].

É importante comparar o fator concentração de tensões  $K$  e o fator intensidade de tensões. O fator concentração de tensões leva em consideração apenas variáveis geométricas (tamanho e raio de trinca), enquanto que o fator intensidade de tensões incorpora ambos os termos geométricos (o comprimento da trinca aparece explicitamente na Equação 29, enquanto que o raio da trinca é considerado muito pequeno) e o nível de tensões atuante na região. Dessa forma, o fator intensidade de tensões incorpora mais informações do que o fator concentração de tensões [35].

### 2.4.3. Tipos de modos de carregamento entre superfícies de trincas

Há três tipos de movimentos relativos entre as superfícies de trincas que definem diferentes modos de carregamento, conforme Figura 30.

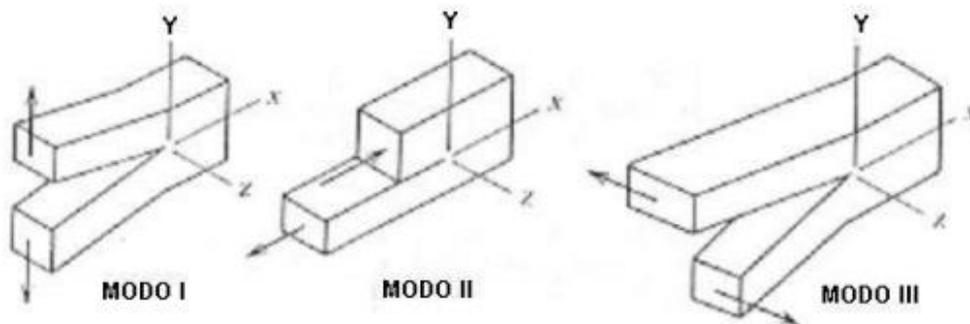


Figura 30 - Modos de carregamento entre superfícies de trincas [35].

Com base no sistema de eixos, temos:

- **Modo I ou de abertura:** caracterizado pelo deslocamento local que é paralelo ao eixo  $y$  e normal ao plano  $x-z$ ;
- **Modo II ou de cisalhamento no plano:** o deslocamento é normal ao eixo  $y$  e paralelo ao eixo  $x$ , contido no plano  $x-y$ .
- **O modo III ou de cisalhamento fora do plano:** o deslocamento é normal ao eixo  $y$  e normal ao eixo  $x$ , contido no plano  $y-z$ .

Esses modos são associados a um campo de tensões na vizinhança da trinca e os problemas de deformação na ponta do defeito são tratados como uma combinação desses

modos de deslocamento. Geralmente, o modo de fratura I é o mais importante, pois corresponde àquele de ocorrência mais comum em peças trincadas [38].

Dependendo da direção da carga e da espessura do material em questão, três tipos de fator intensidade de tensões são definidos. Cada modo de deslocamento está associado a um fator de intensidade de tensões:  $K_I$  para o modo I;  $K_{II}$  para o modo II e  $K_{III}$  para o modo III. O valor crítico de  $K_I$  é aquele de uso mais comum e é chamado de  $K_{IC}$ , sendo uma propriedade do material, definido a partir de ensaios de tenacidade à fratura [38]. Assim, pode-se definir a Equação 30 que relaciona a tensão de fratura  $\sigma_f$  a partir do fator intensidade crítica de tensões para o modo I,  $K_{IC}$ .

**Equação 30**

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{\sqrt{\pi a}}$$

#### **2.4.4. Critérios de escoamento na ponta da trinca**

Dependendo da espessura, o material desenvolve diferentes tipos de estados de tensão, sendo estes o estado plano de tensão (tensões biaxiais) ou o estado plano de deformação (tensões triaxiais). A tensão que atua na direção da espessura deve ser nula na superfície, pois não há tensão normal atuando em uma superfície livre, logo, desenvolve-se um estado plano de tensões nas bordas. Porém, a tensão pode atingir estado triaxial com um valor elevado no centro do corpo, atingindo um estado plano de deformação [33].

Na ponta da trinca, é desenvolvida uma região de plasticidade caso a tensão existente no local seja superior à tensão de escoamento do material. Em condições de deformação plana, cujo campo de tensões triaxiais restringe o tamanho da zona plástica, a região em estado de deformação plana tem raio menor que o raio da região em estado de tensão plana [35].

A Figura 31 mostra os diferentes estados desenvolvidos na ponta de um entalhe a partir do critério de escoamento de Von Mises. Note que nas bordas ocorre o estado plano de tensão, cuja tensão na direção da espessura é nula. No centro, desenvolve-se o estado plano de deformação, onde as três componentes da tensão nominal agem no corpo. A Figura 32 detalha a zona plástica desenvolvida na ponta de uma trinca.

A espessura também atua de forma que quando for pequena, a tensão atuante não poderá crescer apreciavelmente na direção da espessura e uma condição de tensão plana irá atuar

pelo corpo. Quando a espessura for grande, esta condição levará ao estado plano de deformação, pois a tensão poderá atuar nas três direções do corpo e crescer apreciavelmente na direção da espessura [33].

Um das consequências é na maneira que o material se deforma porque o plano de máxima tensão de cisalhamento varia. Esta diferença faz com que a fratura na região das bordas seja em 45° em relação ao eixo de aplicação da carga quando em estado de tensão plana e normal ao eixo de carregamento, quando em estado plano de deformação [33].

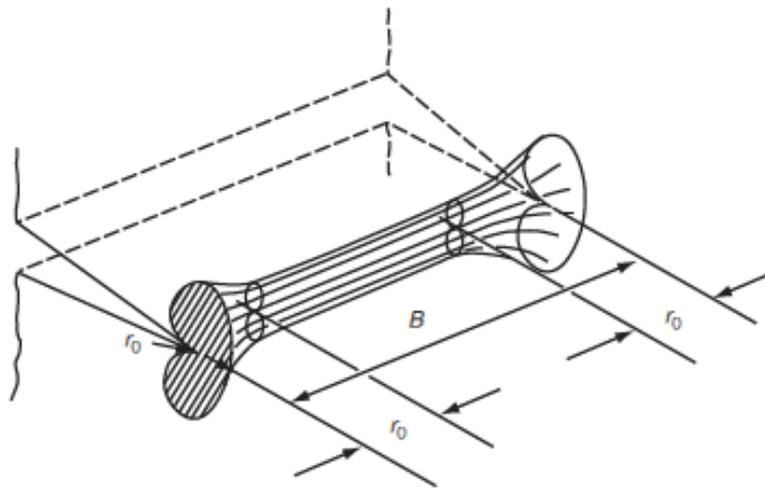


Figura 31 - Na superfície do entalhe, a existência de um estado plano de tensões. Ao centro, a existência de um estado plano de deformação [23].

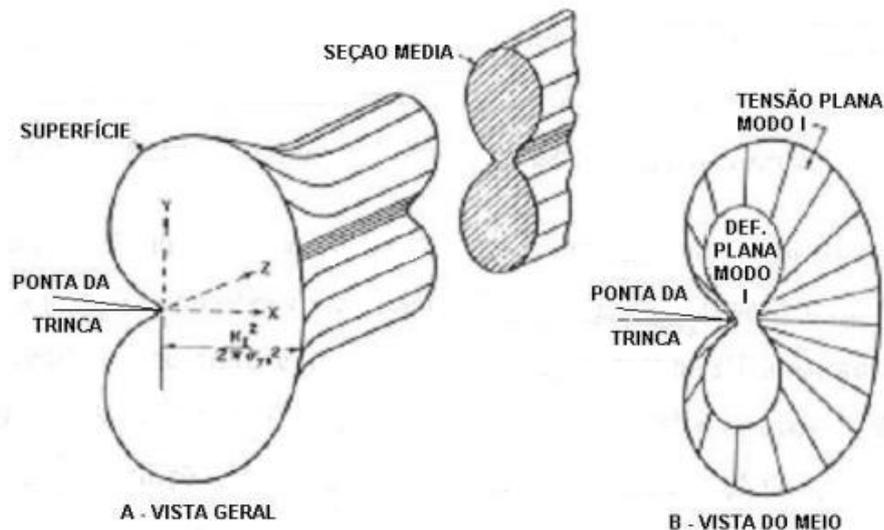


Figura 32 - Zona plástica na ponta de uma trinca [35].

#### 2.4.5. Fratura em materiais poliméricos

É possível classificar os materiais quanto ao seu modo de fratura como dúcteis, por exemplo, metais como cobre e alumínio que chegam a altos valores de deformação antes de romperem, ou como frágeis, por exemplo, os vidros, ambos na temperatura ambiente. Polímeros apresentam tanto o comportamento dúctil quanto o frágil, dependendo de sua estrutura e das condições de operação, como temperatura ou taxa de deformação [30].

Polímeros vítreos apresentam fratura frágil, rompendo a valores de deformação baixos, enquanto que polímeros semicristalinos são geralmente mais dúcteis, sobretudo numa temperatura entre a  $T_g$  e a temperatura de fusão. Elastômeros se deformam no regime elástico até altos valores de deformação, porém, a presença de defeitos pré-existentes leva facilmente à ruptura do material [30].

O mecanismo de deformação plástica em polímeros ocorre ou por cisalhamento ou por formação de microfibrilas, chamadas em inglês de *crazes*, pelo processo chamado *Crazing*. Neste processo, a criação de novas superfícies se dá pelo coalescimento de microcavidades, que formam fibrilas paralelas à direção de carregamento que conectam as superfícies em múltiplos pontos [39]. Essas fibrilas são compostas por cadeias poliméricas altamente orientadas nos dois lados da superfície, conforme Figura 33. Na deformação por cisalhamento, ocorre deslizamento molecular a  $45^\circ$  à tensão aplicada, assumindo uma tensão uniaxial.

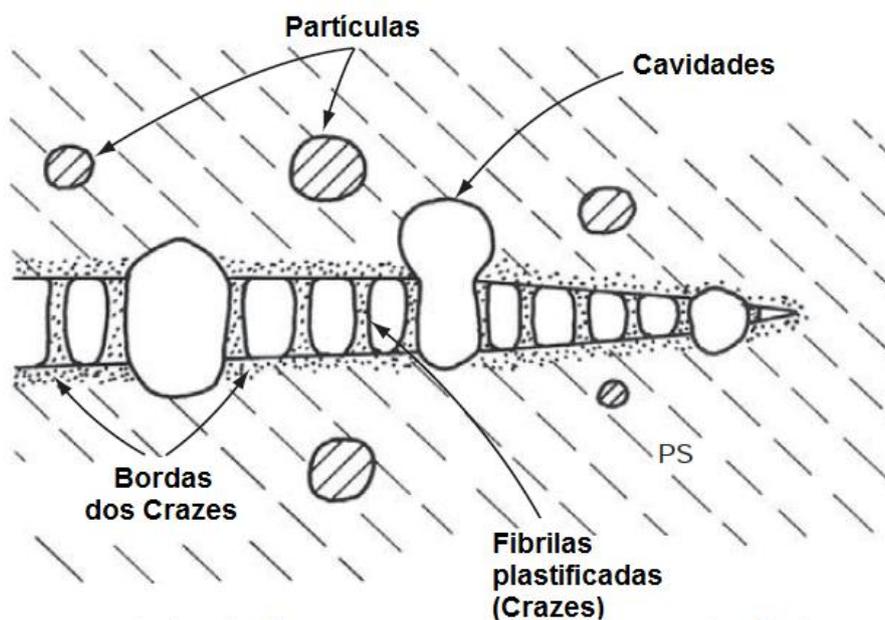
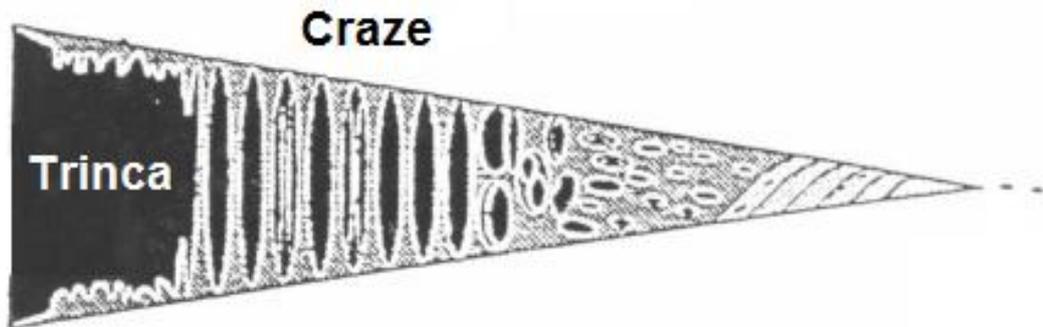


Figura 33 - Formação de *crazes* durante propagação de trinca (adaptado de [23]).

A formação de *crazes* atua como precursora da trinca, cujas fibrilas crescem perpendicularmente à tensão aplicada (Figura 34) e este processo pode ocorrer na superfície, a qual ocorre na maioria dos casos, ou nuclear no interior do polímero [39].

A propagação da trinca ocorre pela quebra das fibrilas, cuja formação e quebra envolve considerável absorção de energia. Esta é a razão da energia necessária à fratura ser maior para ocorrer quando ocorre a formação de *crazes*, pois a energia requerida à fratura é superior àquela somente para criação de novas superfícies [30].



**Figura 34 - Trinca propagando através da formação de microfibrilas (*crazes*) (adaptado de [40]).**

A Figura 35 mostra como ocorre o mecanismo molecular de fratura para polímeros que se divide em quatro etapas. Na primeira etapa (Figura 35-a) ocorre a formação de novas superfícies conectadas em múltiplos pontos pelos *crazes*.

Após, ocorre o alongamento de segmentos de cadeias poliméricas em razão da tensão atuante no material (Figura 35-b). Finalmente, cria-se um plano de fratura (Figura 35-c) em que dois mecanismos de quebra de fibrilas podem ocorrer: ou a cisão de cadeias poliméricas ou o arrancamento das fibrilas de uma superfície da outra (Figura 35-d) [39].

Enfim, a separação das duas superfícies criadas faz com que a trinca se propague, fato que levará futuramente à ruptura do polímero quando este atingir a tensão limite de resistência do material em questão.

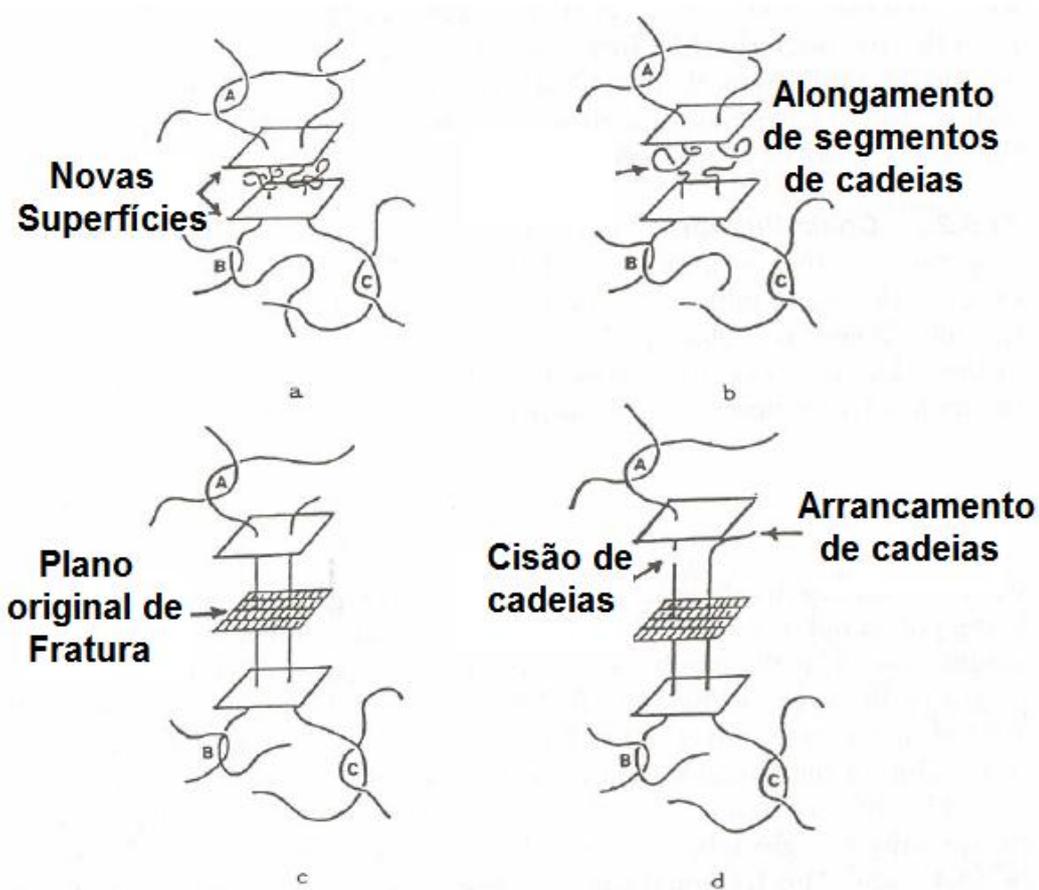


Figura 35 - Mecanismo molecular de fratura para polímeros (adaptado de [39]).

Em regimes cíclicos, ocorre propagação de trincas por fadiga e materiais poliméricos exibem a formação de *crazes* durante a propagação da fissura. Veja na Figura 36 que as fibrilas se formaram no processo em diferentes regimes de carregamento.

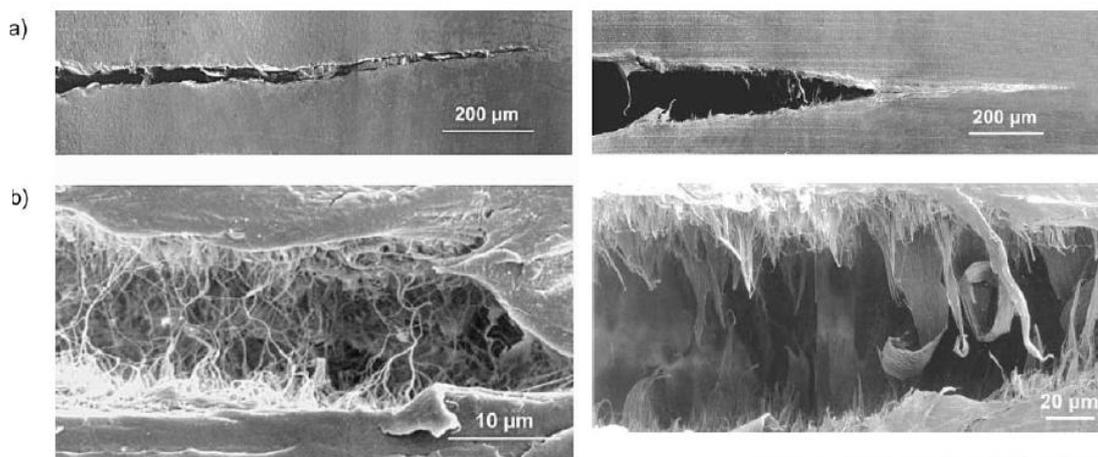


Figura 36 - Propagação de trinca por fadiga em polietileno. Nas figuras da parte superior (a), vista geral da trinca em diferentes regimes de carregamento. Nas figuras abaixo (b), ampliação que mostra as fibrilas geradas durante a abertura da trinca [6].

#### 2.4.6. Métodos padrão de ensaio de tenacidade à fratura

Testes de tenacidade à fratura tem o objetivo de fornecer os passos necessários para avaliar a tenacidade à fratura dos materiais, possuindo métodos tanto para a Mecânica da Fratura Linear Elástica quando para a Mecânica da Fratura Elastoplástica.

As normas ISO 13586 e ASTM D5045 especificam as condições de teste para avaliação da tenacidade à fratura de materiais poliméricos que obedecem às condições da Mecânica da Fratura Linear Elástica. Essas normas são similares e caracterizam dois tipos de geometria de corpos de prova que definem o tipo de ensaio, ou seja, ou em flexão em três pontos ou em tração uniaxial que leve à fratura [41]:

- *Single Edge Notch Bending* (SENB) - Figura 37: ensaio de flexão em três pontos.

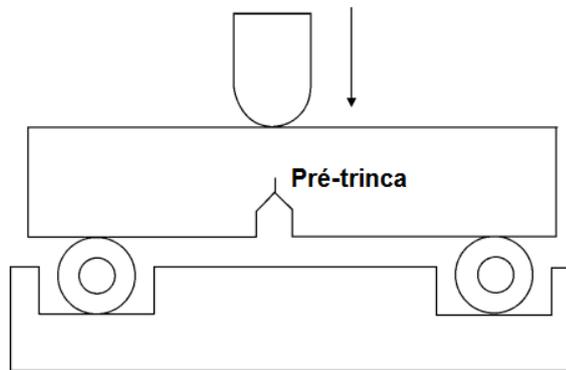


Figura 37 - Geometria de corpo de prova SENB (adaptado de [41]).

- *Compact Tension* (CT) - Figura 38: ensaio de tração.

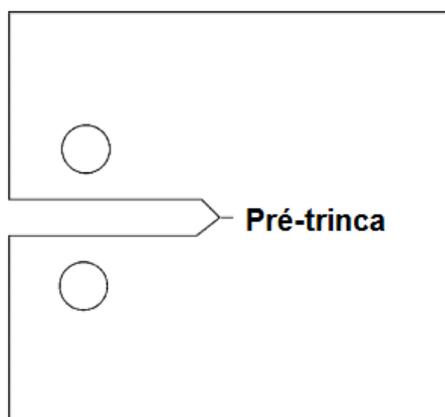


Figura 38 - Geometria de corpo de prova CT (adaptado de [41]).

Essas normas geralmente são direcionadas a materiais poliméricos rígidos ou semirrígidos e limitações são impostas quanto à linearidade da curva de ensaio de força por deslocamento e às dimensões dos corpos de prova para que obedecem às condições da Mecânica da Fratura Linear Elástica [41].

Ambas as normas especificam que é fundamental a introdução de uma pré-trinca o mais aguda possível na ponta do entalhe do corpo de prova. O processo usual de introdução é por corte através da batida leve de uma lâmina na ponta do entalhe. Porém, se o material for muito tenaz este processo será ineficaz. Logo, as normas permitem que a pré-trinca seja introduzida pelo deslizamento da lâmina ao longo do entalhe ou resfriando o corpo de prova antes da introdução do corte por lâmina [41].

É possível introduzir a pré-trinca por fadiga em materiais poliméricos que é um método vantajoso, pois simula um plano ideal de crescimento de trinca com raio de curvatura próximo de zero. Todavia, em razão da ocorrência de fenômenos de relaxação no material, este procedimento é de difícil controle em materiais poliméricos e não é muito utilizado.

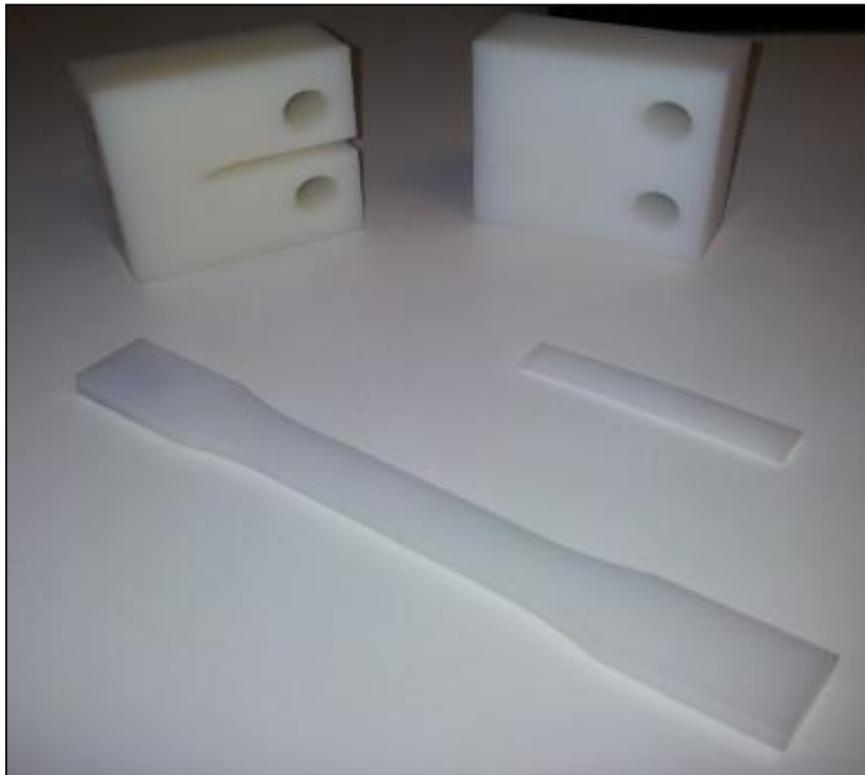
As condições de teste recomendadas são à temperatura ambiente e com velocidade de abertura de entalhe a 10 mm/min. Velocidades de abertura muito altas e tempos muito pequenos induzem a erros dinâmicos [41]. A ASTM ainda possui o método ASTM D6068 que se aplica a materiais que não seguem a Mecânica da Fratura Linear Elástica, fornecendo os passos para a elaboração da curva de Integral-J, outra metodologia de avaliação da tenacidade à fratura no regime elastoplástico para polímeros.

## 3. Materiais e Métodos

### 3.1. Materiais

A primeira etapa para a elaboração da metodologia de abertura de pré-trincas por fadiga foi a escolha do polímero de estudo. Polietileno de Alta Densidade (PEAD) comercial foi selecionado em razão de ser um material barato e de fácil obtenção, além de possuir variadas aplicações na indústria de petróleo (barreira de pressão de *risers*, capa externa de cabos umbilicais, *liners*, tubos etc).

Assim, corpos de prova para ensaios de tração (norma ASTM D638); para ensaios dínamo-mecânicos (DMA - norma ASTM D7028); e para ensaios de fratura (norma ASTM D5045 para o estado plano de deformação em condições da Mecânica da fratura linear elástica) foram usinados a partir de placas extrudadas de PEAD - Figura 39.



**Figura 39 - Corpos de prova utilizados (fratura, tração e DMA).**

### 3.2. Metodologia

A metodologia do trabalho pode ser resumida segundo o diagrama abaixo (Figura 40). Após a definição do polímero de trabalho (PEAD), seguiu-se com ensaios de tração para determinar tensão e deformação de escoamento ( $\sigma_Y$  e  $\varepsilon_Y$ ) e módulo de Young (E) e ensaios DMA para obtenção da Tg em varredura de frequência e temperatura.

Finalmente, iniciaram-se os ensaios de Mecânica da Fratura divididos em duas etapas: primeiro, a elaboração de uma metodologia de abertura e crescimento de trincas por fadiga para que enfim se seguisse com o cálculo de  $K_{IC}$ . As seguintes seções abordaram os detalhes de cada etapa da metodologia experimental.

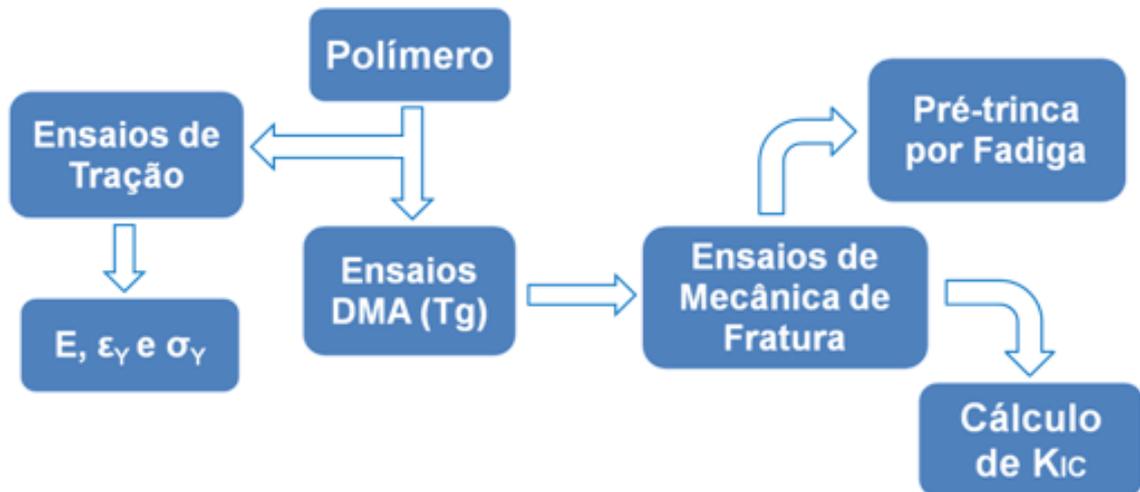


Figura 40 - Diagrama resumo da metodologia experimental.

Foi necessário definir a geometria dos corpos de prova segundo as normas vigentes. Para tal, corpos de provas com dimensões específicas foram projetados com auxílio do programa *SolidWorks* de forma a se adequarem às normas e às condições de ensaio. Corpos de prova para ensaios Dínamo-Mecânicos com geometria 60x12x3 mm foram usinados à partir do modelo da Figura 41.

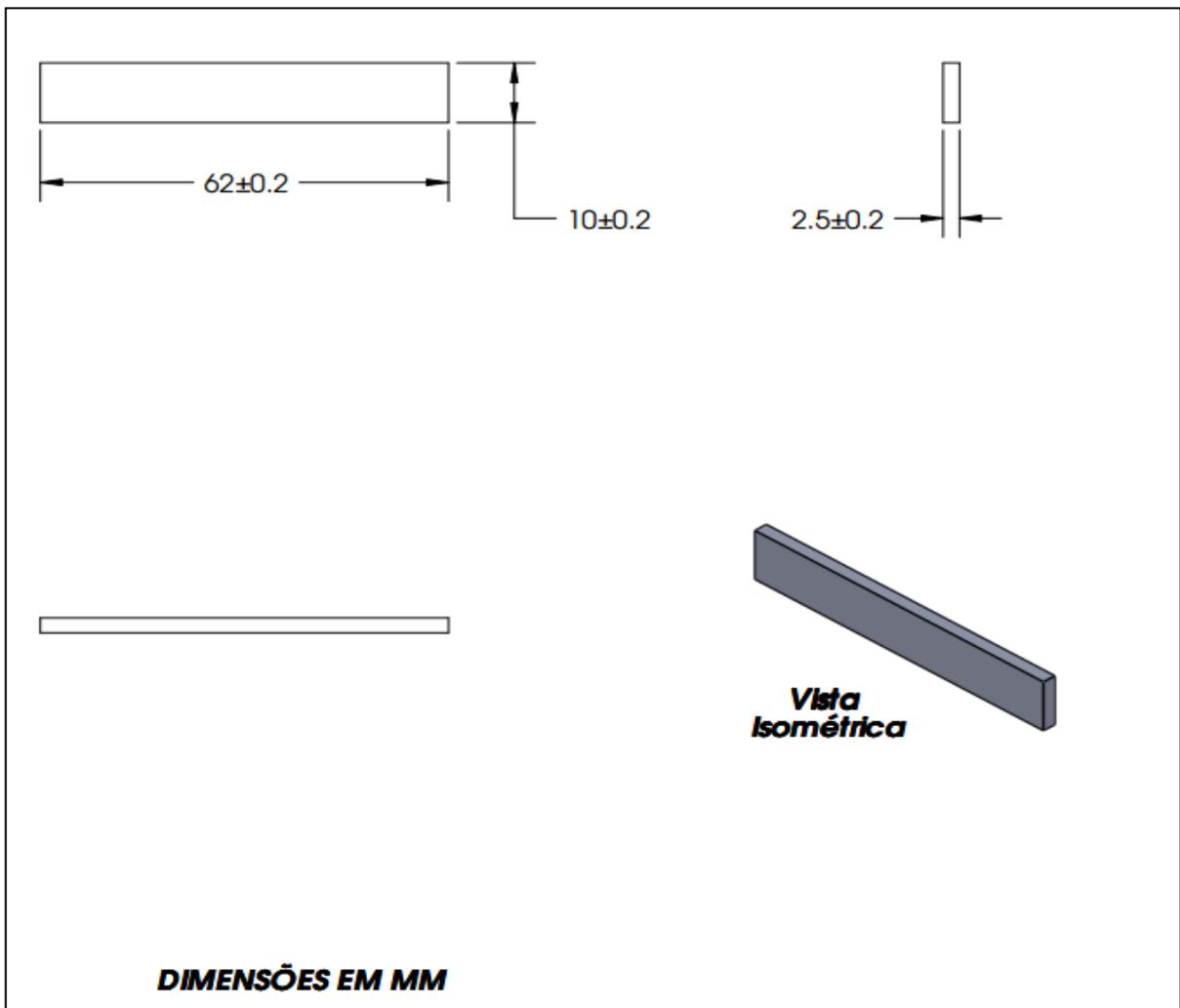


Figura 41 - Corpos de prova para ensaios DMA.

Já os corpos de prova de tração foram usinados com dimensões do tipo I, segundo norma ASTM D638, com comprimento útil (*gage length*) de  $57,0 \pm 0,5$  mm, cujas dimensões detalhadas se encontram na Figura 42.

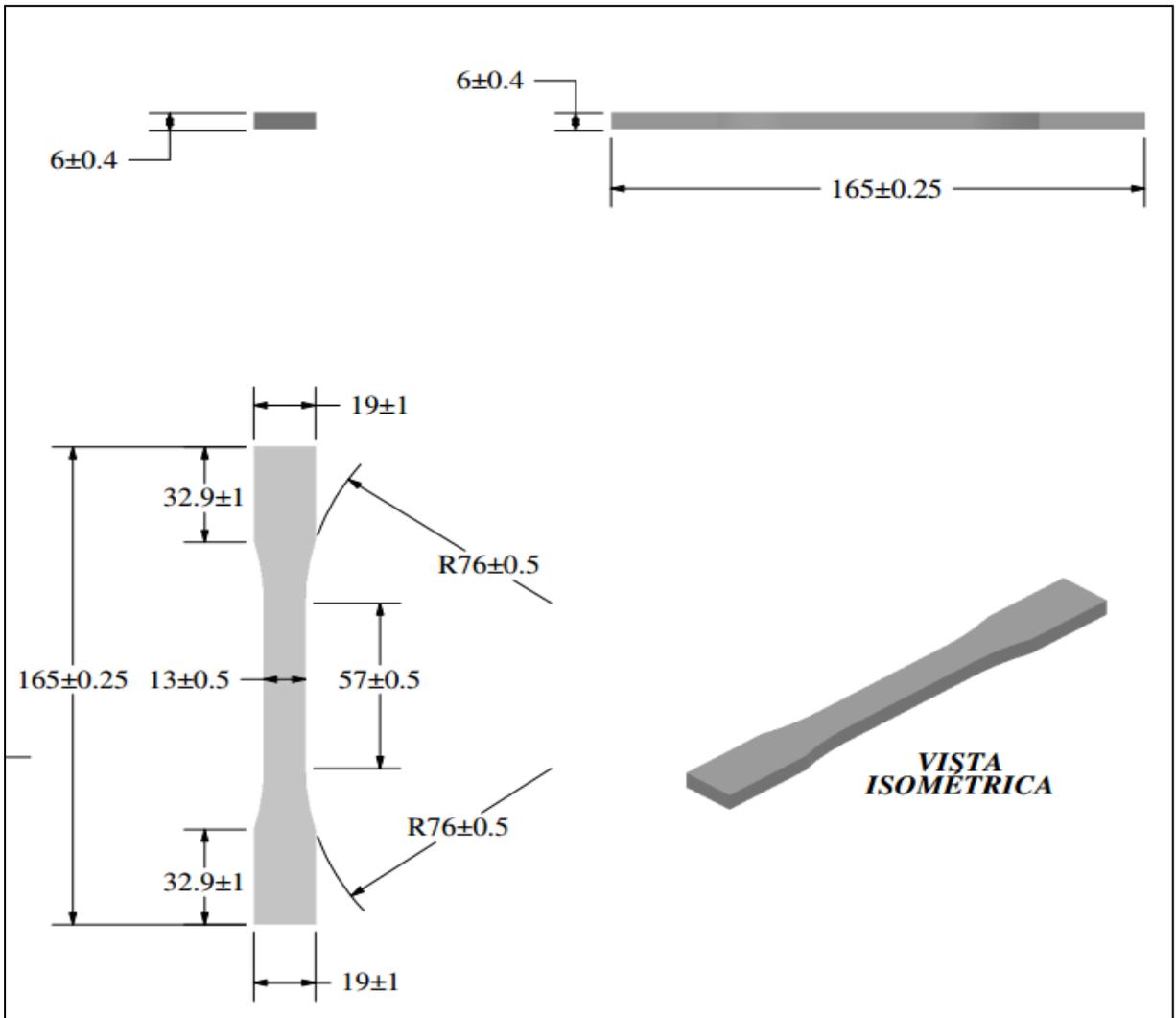


Figura 42 - Dimensões (mm) detalhadas do corpo de prova para ensaio de tração (ASTM D638).

Os corpos de prova de fratura são do tipo Tração Compacta (*Compact Tension* - CT), com espessura 25,5 mm e são apresentadas na Figura 43 todas as suas dimensões conforme normas ASTM D5045.

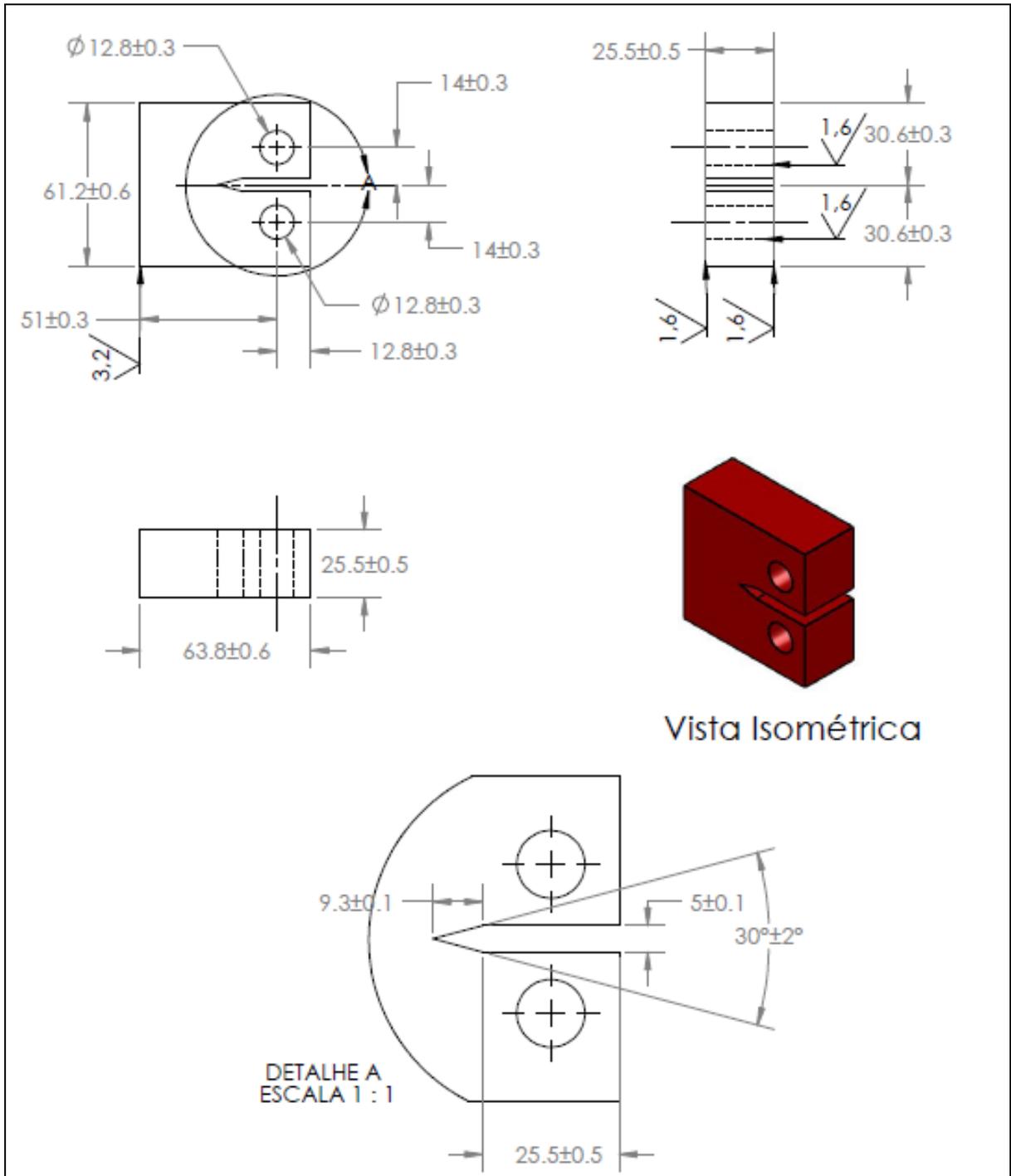
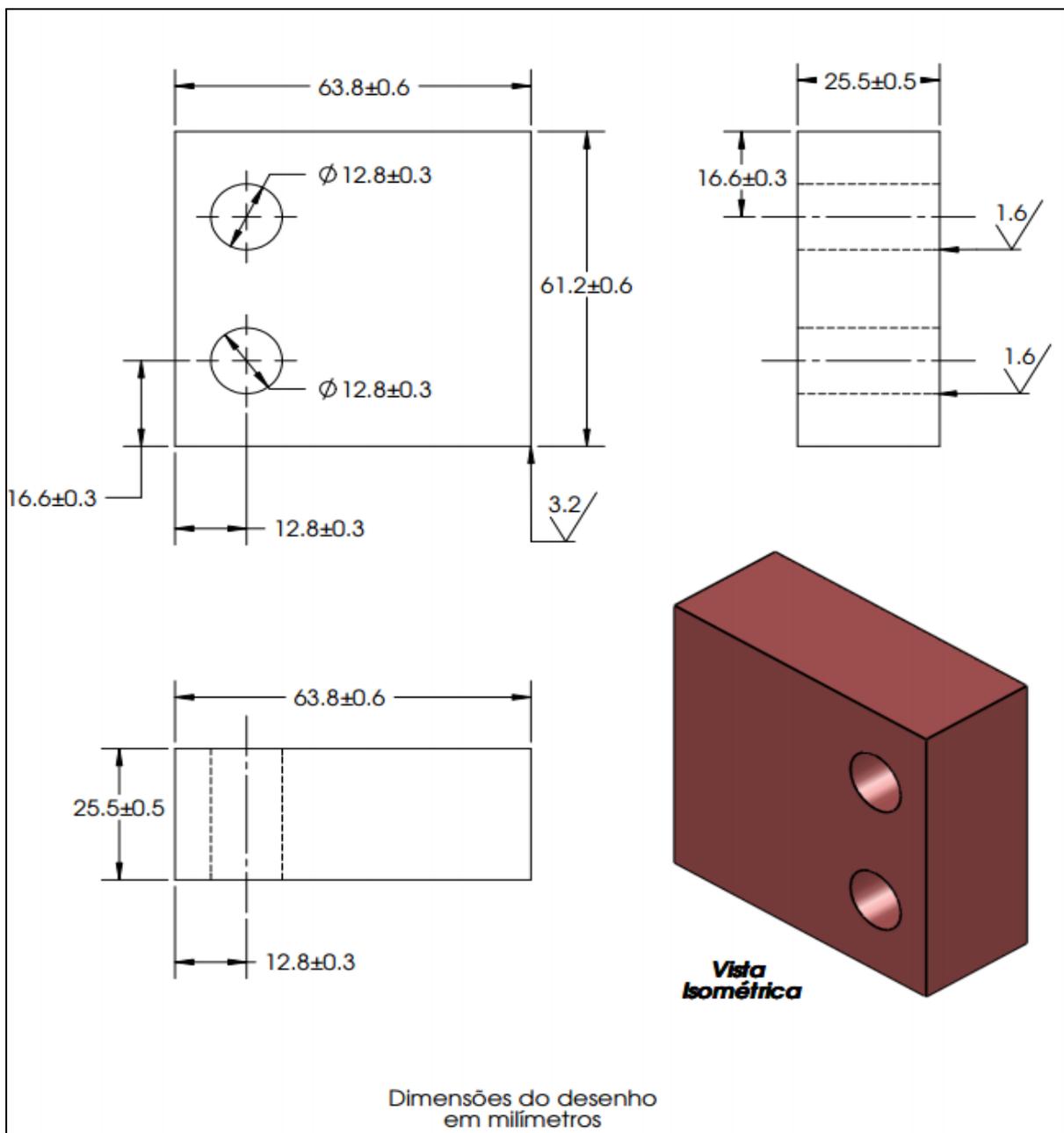


Figura 43 - Dimensões detalhadas dos corpos de prova de fratura (CT) com dimensões em mm.

Corpos rígidos (sem entalhe) também foram usinados para ensaios complementares de avaliação da influência da deformação plástica no pino da garra do equipamento que realizará o ensaio de fratura, conforme Figura 44.



**Figura 44 - Corpo rígido para ensaio complementar.**

### 3.2.1. Ensaio de Tração

Ensaio de tração foram conduzidos numa máquina eletromecânica Instron (modelo 5582R - Figura 45), célula de carga de 10 kN, uso de extensômetro óptico à temperatura ambiente e velocidade de deslocamento do travessão (velocidade do ensaio) em 50 mm/min. Os testes ocorreram segundo a norma ASTM D638. Tensão de escoamento, deformação de escoamento e módulo de Young foram obtidos a partir destes testes. Estes parâmetros são fundamentais para cálculos de mecânica da fratura que serão realizados.



**Figura 45 - Máquina para ensaios de tração (modelo Instron - sistema eletromecânico).**

### **3.2.2. Ensaio Dínamo-Mecânicos**

A abertura da pré-trinca por fadiga é o primeiro passo para que se conduza o ensaio de tenacidade à fratura e, como será demonstrada posteriormente, no tópico de resultados e discussões, a fadiga próxima às condições de transição vítrea ( $T_g$ ) do material resultou num crescimento de trinca de forma mais controlada. Assim, é necessário determinar a  $T_g$  do PEAD.

Ensaio Dínamo-Mecânicos ou DMA (Netsch, Modelo TA800 - Figura 46), utilizando um dispositivo de flexão em três pontos e corpos de prova DMA, foram realizados e a  $T_g$  do material foi obtida em função da frequência e da temperatura. Para obtenção da  $T_g$  em função da temperatura, três frequências foram fixadas em 1, 3 e 5 Hz, com varredura da temperatura

entre -150 a 100°C. Após, para obtenção da Tg em função da frequência, quatro temperaturas foram fixadas em -70, -20, 0 e 23°C com varredura de frequência de 1 a 100 Hz para cada temperatura.



**Figura 46 - Máquina de ensaio DMA.**

### **3.2.3. Ensaio de abertura de trincas por Fadiga**

Antes dos ensaios de abertura de trincas por fadiga, ensaios de tração monotônica foram realizados em corpos de prova CT (ASTM D5045). Eles foram realizados, pois o objetivo era garantir que a máxima tensão de fadiga não levasse ao escoamento do material, fato que invalidaria os cálculos de mecânica de fratura num estado plano de deformações. Os ensaios de abertura de trincas por fadiga foram conduzidos com cargas bem abaixo do máximo de carga que levaria ao rasgamento, evitando dessa forma a plastificação na ponta da trinca e do entalhe.

As condições dos ensaios de fadiga foram implementadas o mais próximo possível da condição elástica do material (PEAD), visando suprimir a condição viscosa, determinadas pela Tg a partir dos ensaios DMA.

O procedimento de abertura de trincas é apresentado a seguir. Os ensaios de fadiga foram realizados em uma máquina servo-hidráulica (MTS Landmark<sup>®</sup> - Figura 47), em modo de controle de deslocamento e uma razão entre carga mínima e máxima (R) de 0,1. Diversas condições de ensaios foram testadas, variando-se frequência, número de ciclos. Os melhores

resultados foram obtidos a 23°C, entre 6000 e 7000 ciclos e 10 Hz de frequência (valor determinado pelos ensaios DMA) com onda em forma sinusoidal. Ressalta-se que a fim de se evitar efeitos maiores de tunelamento e de reduzir o estado plano de tensão na borda da trinca, pequenos cortes de aproximadamente 1 mm foram introduzidos nas laterais do entalhe dos corpos de prova CTs antes do ensaio.



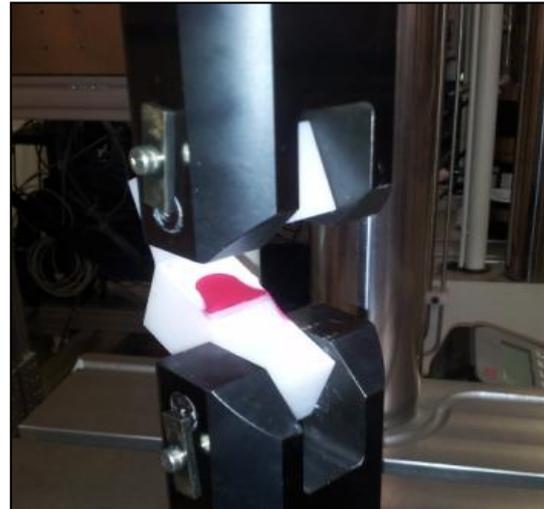
**Figura 47 - Servo-hidráulica MTS.**

Para avaliar a eficácia da metodologia de abertura de trincas por fadiga apresentada acima, a técnica de líquido penetrante foi utilizada. Nesta técnica, o líquido é aplicado na superfície do entalhe de forma que ele entre na pré-trinca e a delimite após estes ensaios de fadiga para auxiliar na análise visual, como observado na Figura 48. Foi dado um tempo de 15 minutos para permitir que o líquido adentrasse totalmente na trinca. Essa técnica delimitará os limites da pré-trinca gerada, facilitando a sua observação visual.

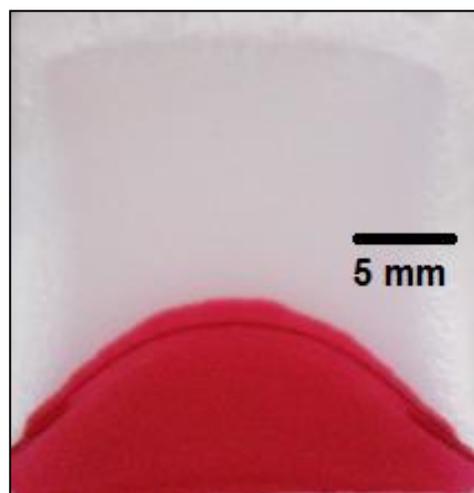
Em seguida, o CT foi limpo e fraturado monotonicamente à temperatura ambiente (Figura 49) e a trinca gerada por fadiga pôde, assim, ser observada com facilidade (Figura 50), onde se nota um grande efeito de tunelamento, devido ao estado plano de tensão existente nas bordas da trinca. Para amenizar tal problema, pois a norma sugere trincas de fadiga que abram nas laterais do CT, antes da ciclagem foi feito um pequeno corte de 1 mm em torno da ponta do entalhe e nas laterais.



**Figura 48 - Ensaio de líquido penetrante.**



**Figura 49 - Ruptura de corpo de prova pós-fadiga.**

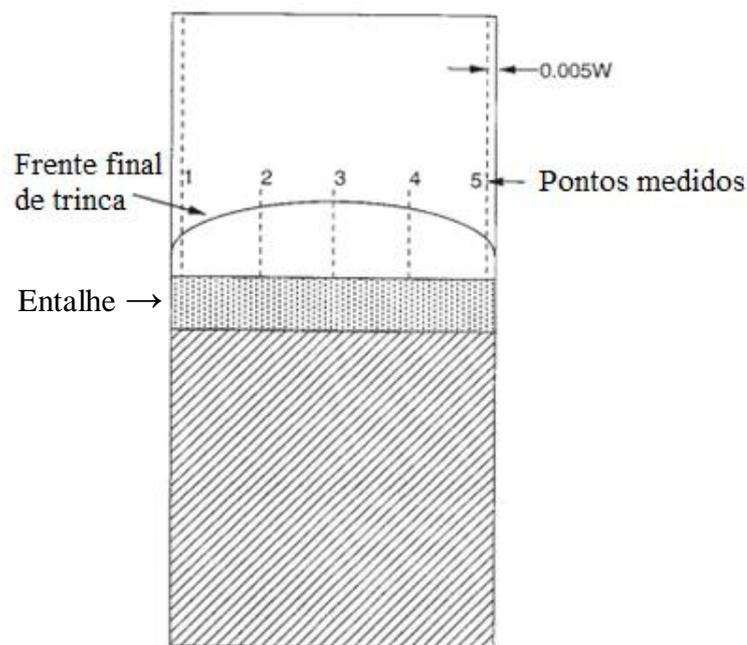


**Figura 50 - Trinca de fadiga com efeito de tunelamento.**

O comprimento das pré-trincas foi medido com o auxílio de um projetor de perfil Nikon Modelo 6C 12666. Em razão da norma ASTM D5045 não fornecer informações a respeito de como realizar a medição da altura média da pré-trinca obtida por fadiga, esta medição foi

baseada no procedimento fornecido pela norma ASTM D6068, utilizada para mecânica da fratura elastoplástica, descrito a seguir.

Esta norma sugere a divisão do comprimento da pré-trinca em 5 regiões a partir de uma distância de  $0,005W$ , onde  $W$  é a espessura (25,5 mm). Nesses pontos, a altura final da ponta do entalhe até a frente de crescimento da pré-trinca é medida. Afim de maior precisão, a pré-trinca obtida por fadiga foi dividida em 10 regiões de igual comprimento - Figura 51. Vale ressaltar que a norma ASTM D6068 mede crescimento estável da pré-trinca, enquanto que isso não vale para a norma ASTM D5045.



**Figura 51 - Divisão em seções da pré-trinca gerada por fadiga para medição do tamanho final da pré-trinca. Adaptado de ASME D6068.**

Logo, com o auxílio do projetor de perfil, foi medido para cada seção a distância da ponta do entalhe até a frente da pré-trinca gerada em cada ponto, nomeados de  $a_i$ , onde  $i$  varia do intervalo de 1 a 10. Ressalta-se que a norma sugere pelo menos quatro seções de pré-trinca, porém, com o objetivo de uma maior precisão nos resultados, a pré-trinca neste estudo será dividida em 10 seções. Segundo a norma, o comprimento médio da pré-trinca corresponderá a " $a_m$ ", definido pela Equação 31 abaixo.

**Equação 31**

$$a_m = \frac{\frac{a_1 + a_{10}}{2} + a_2 + a_3 + a_4 + a_5 + a_6 + a_7 + a_8 + a_9}{8}$$

Os parâmetros de teste estabelecidos acima resultaram em uma pré-trinca de fadiga com geometria coerente com as normas ASTM D5045 e E399, que são praticamente as mesmas considerando ensaios de mecânica da fratura. Após uma série de ensaios, chegou-se a uma condição ótima de crescimento de pré-trincas por fadiga de no máximo 6 mm. Nesta condição, foram obtidas pré-trincas em torno de 5 a 6 mm.

Segundo a norma ASTM D5045 e ASTM E647, o tamanho total de trinca “a” (entalhe + pré-trinca por fadiga - Figura 52) deve respeitar a seguinte relação geométrica:  $0,45 \leq a/w \leq 0,55 = 22,95 \text{ mm} \leq a \leq 28,05 \text{ mm}$  para o corpo de prova utilizado, onde a: comprimento da trinca, w: largura. Caso esta geometria não seja atendida, a pré-trinca resultante do ensaio de fadiga é considerada inválida.

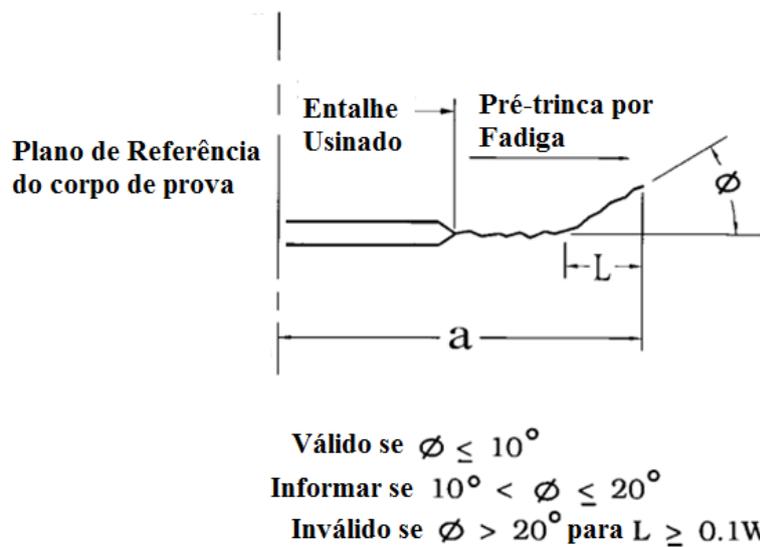


Figura 52 - Definição de tamanho total de trinca "a", entalhe e pré-trinca por fadiga - adaptado de ASTM E647.

Portanto, a metodologia para abertura e crescimento de pré-trincas por fadiga foi definida a seguir como:

- Corte de 1 mm com estilete nas laterais do entalhe e passagem da lâmina ao longo da ponta do entalhe para pequeno corte de abertura antes da ciclagem;
- Fadiga de CT com condições: 10 Hz; entre 6000 e 7000 ciclos; abertura inicial de entalhe em 0,75 mm com amplitude de deslocamento em +/- 0,25 mm;
- Recarregar o corpo de prova a partir do aumento da abertura do entalhe durante o ensaio, de forma a manter a razão de carga R constante em torno de 0,1, (ciclo de fadiga em degraus de recarregamento).

Com esta metodologia, pré-trincas com comprimento de até 6 mm, condição que respeita a relação geométrica  $0,45 \leq a/w \leq 0,55$ , foram geradas nos corpos de prova testados.

#### **3.2.4. Ensaio de Mecânica da Fratura**

Com a metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga estabelecida, a norma para Mecânica da Fratura Linear Elástica para polímeros (ASTM D5045) foi aplicada para se realizar a avaliação da tenacidade à fratura do PEAD e, possivelmente, obter-se uma medida da tenacidade à fratura através do fator intensidade crítica de tensões  $K_{IC}$  do material.

## 4. Resultados e Discussões

### 4.1. Ensaio de caracterização mecânica e térmica

#### 4.1.1. Ensaio de Tração

Curvas típicas de ensaio de tração e pontos de escoamento e módulo de rigidez do PEAD são apresentadas na Figura 53 e Figura 54, cujos valores obtidos são mostrados na Tabela 4. Os resultados mostram que o material é bastante homogêneo, tendo comportamento similar àqueles reportados na literatura por Elleuch e Taktak [42].

Da mesma forma, na Figura 54 fornece uma melhor visualização da região antes do escoamento. Tal escoamento ocorre a partir do empescoçamento do material durante o ensaio em torno de 10% de deformação, uma convenção adotada para polímeros. Isto mostra a dificuldade de se trabalhar com este material nas condições da mecânica da fratura linear elástica, pois a região linear é muito pequena.

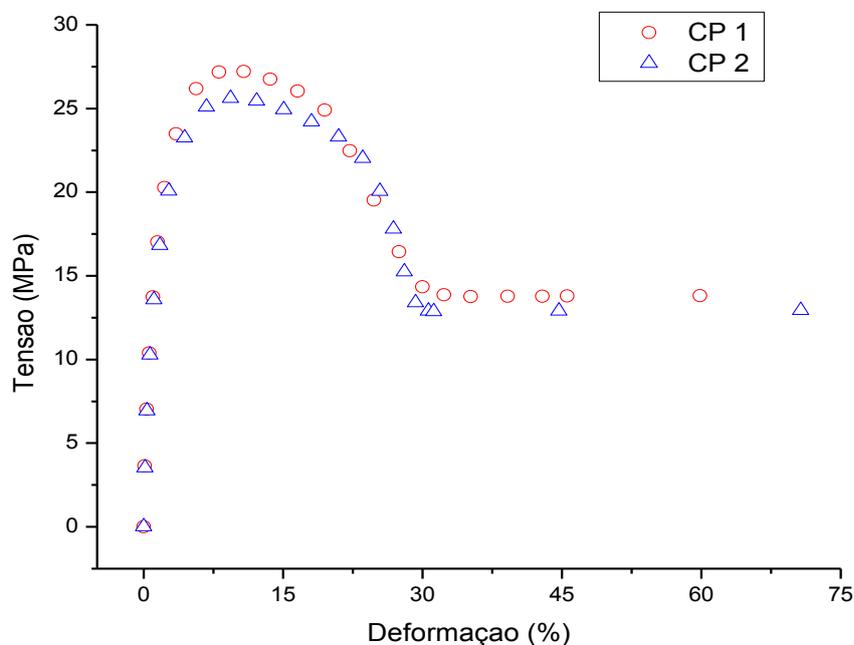
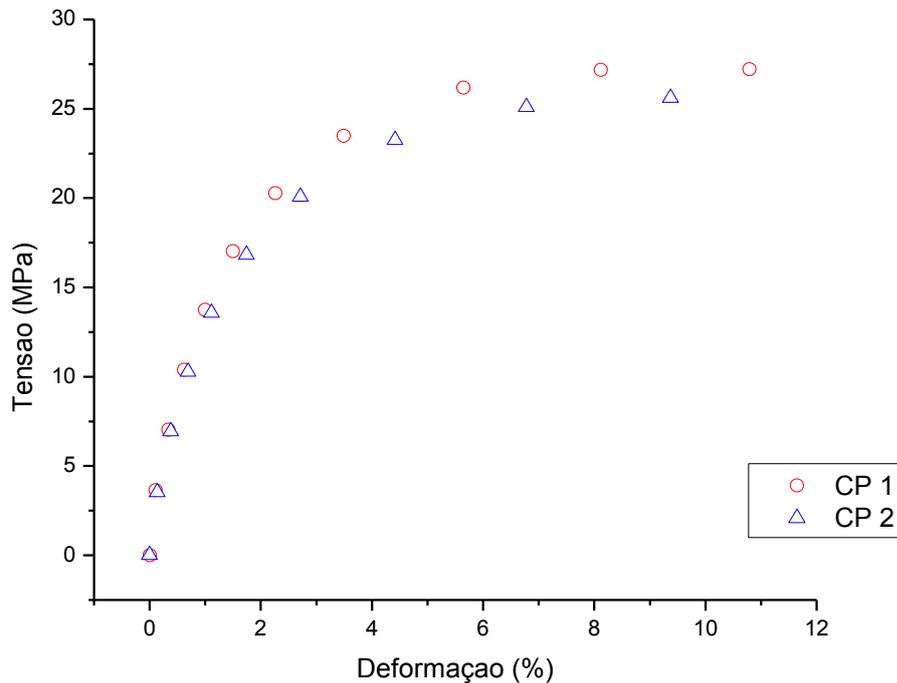


Figura 53 - Curva de tensão-deformação para PEAD com dois corpos de prova a temperatura ambiente.



**Figura 54 - Detalhe da região "elástica", em que o escoamento do material ocorre abaixo de 2% de deformação.**

**Tabela 4 - Ponto de escoamento e módulo de rigidez do PEAD a temperatura ambiente.**

Corpo de Prova	Deformação de escoamento $\epsilon$ (%)	Tensão de escoamento $\sigma_Y$ (MPa)	Módulo de Young E (MPa)
1	9,8	27,3	1466,3
2	9,8	25,6	1377,2

#### 4.1.2. Ensaio Dínamo-Mecânicos

Para determinação da Tg do material, ensaios DMA foram executados em diferentes condições, como mostrado na Figura 55 (de varredura em temperatura) e na Figura 56 (de varredura em frequência). No primeiro caso de temperatura variável, testes foram conduzidos em três frequências fixas de 1, 3 e 5 Hz de -150 a 100°C e os picos das curvas evidenciam a Tg em torno de -110°C.

Essa condição exigiria que o corpo de prova CT fosse bastante resfriado para que a trinca fosse aberta em condições vítreas do material. Esta não é uma condição desejável para realizar a abertura da trinca já que exige custos adicionais e outros problemas como excessiva fragilidade do material.

Já no segundo caso, de frequência variável e temperaturas fixas, a  $T_g$  obtida em temperatura ambiente ficou em torno de 11 Hz. Essa condição de teste é facilmente implementável nos sistemas servo-hidráulicos, sem necessidade de resfriamento do CT e montagem experimental sem custos adicionais.

Nessa condição (23°C e frequência 11 Hz) o material quase não exibiu comportamento viscoelástico, pois ele se vibrava em sua frequência de transição vítrea, permitindo, assim, que a pré-trinca de fadiga fosse aberta no regime elástico de carregamento cíclico.

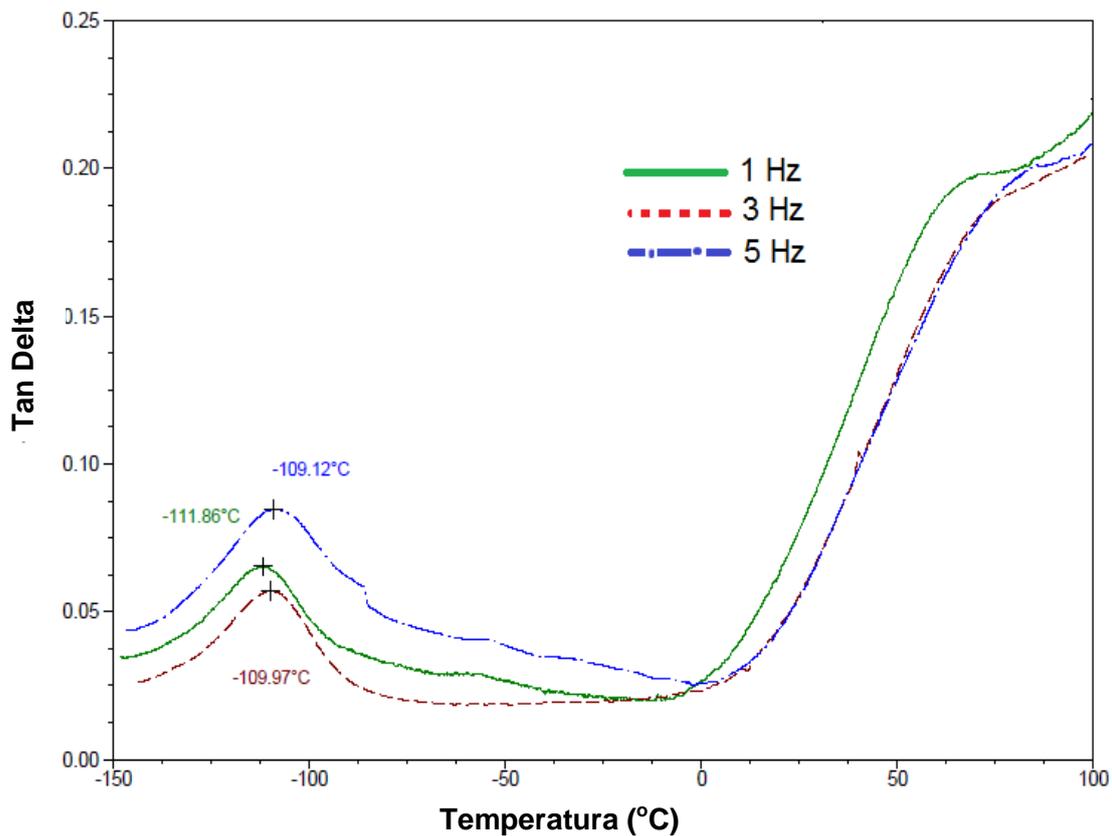


Figura 55 - Dependência da  $T_g$  do PEAD para baixas frequências.

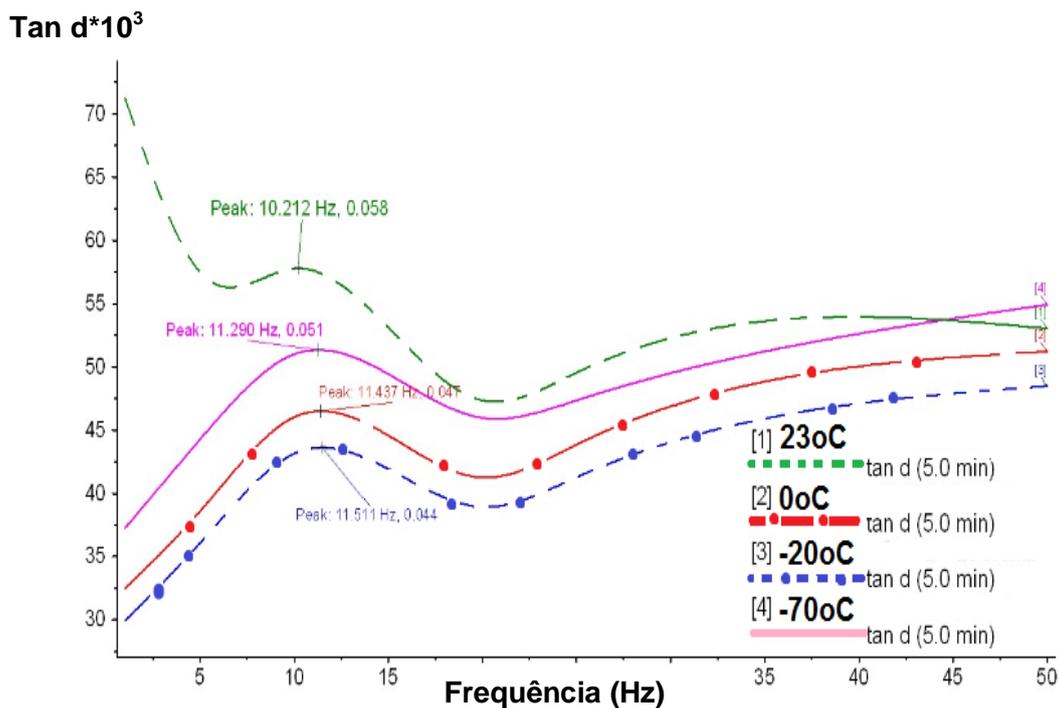


Figura 56 - Dependência da transição vítrea com a frequência.

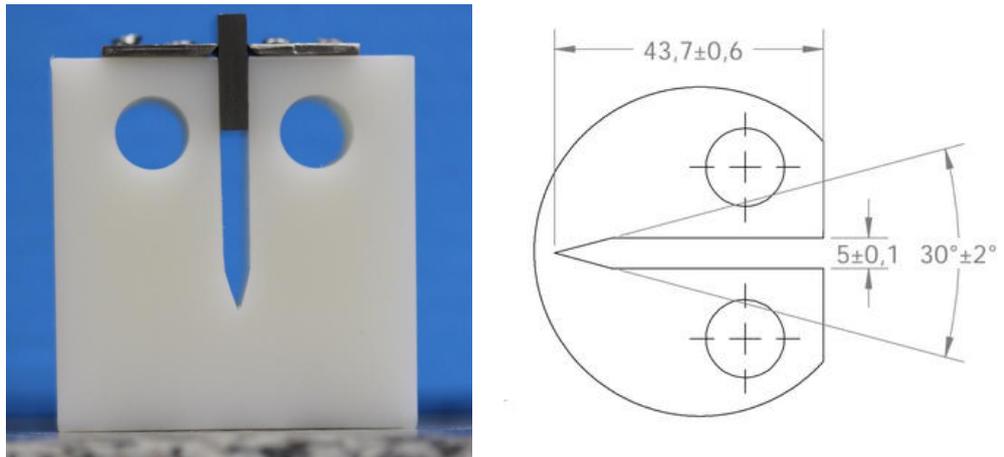
## 4.2. Metodologia de abertura e crescimento de pré-trincas por Fadiga

### 4.2.1. Ensaios pré-liminares

Diversos ensaios foram realizados para se estabelecer as melhores condições de teste a fim de elaborar a metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga. Três situações foram testadas e seus resultados serão abordados a seguir.

#### a) Comprimento de entalhe e deformação plástica:

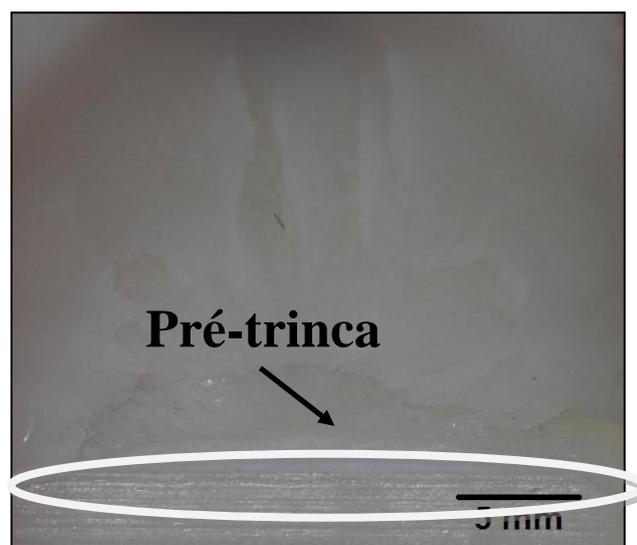
Inicialmente, o comprimento do entalhe dos corpos de prova foi projetado em 43,7 mm (Figura 57) em razão de um erro de interpretação na leitura da norma (o tamanho da pré-trinca mínimo possível foi interpretado como aquele de deveria ser usado, logo o tamanho do entalhe usinado seria o maior possível). Com este comprimento de entalhe, o máximo de comprimento final da pré-trinca gerada seria de 1 mm, um valor bastante baixo. Quando estes corpos de prova foram fadigados, duas importantes conclusões foram obtidas.



**Figura 57 - À esquerda, corpo de prova projetado com maior comprimento de entalhe (43.7 mm). À direita, detalhe da geometria do entalhe.**

Primeiro, a partir da observação da superfície de fratura dos corpos de prova fadigados, variando-se nos testes o número de ciclos de 1000 a 20000 ciclos, notou-se que as pré-trincas geradas com esta geometria de entalhe, mesmo a 20000 ciclos, não atingiam um comprimento maior que 1 mm (Figura 58).

Este fato se deve à geometria do entalhe, cuja ponta arredondada não fornecia boas condições para que a pré-trinca nucleasse, logo seu crescimento era muito mais demorado. Portanto, esta geometria se mostra inadequada para a obtenção de uma pré-trinca por fadiga em razão da obtenção de trincas de pequeno comprimento e num alto número de ciclos.



**Figura 58 - Superfície de ruptura frágil. Condições: 10 Hz, 1000 ciclos.**

A segunda conclusão está relacionada às condições de abertura do entalhe durante a ciclagem. Nas primeiras tentativas, foi definida uma abertura inicial do entalhe de 2 mm, com amplitude de deslocamento em 0,5 mm. Notou-se embranquecimento nas laterais dos corpos de prova durante a ciclagem, indicação notória de deformação plástica.

De fato, o material escoou nestas condições iniciais. Logo, chegou-se à conclusão que seria necessário iniciar a elaboração da metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga se realizando um ensaio de tração monotônico para determinação do ponto de escoamento do material. Assim, poderia ser definida qual abertura inicial do entalhe e qual amplitude de deslocamento seriam possíveis para realizar a ciclagem do corpo de prova, sem ocorrência de deformação plástica.

#### **b) Quebra de corpos de prova em condições criogênicas:**

Foi necessário estabelecer um método para avaliar o quanto as pré-trincas cresceram após a ciclagem, ou seja, medir seu comprimento final para verificar se este era condizente com a norma. A primeira forma de se realizar esta avaliação foi a partir do uso da criogenia. Corpos de prova fadigados foram inseridos num banho de nitrogênio líquido, cuja temperatura era de  $-196^{\circ}\text{C}$ , (Figura 59) e após foram fraturados com o auxílio de uma cunha (Figura 60).

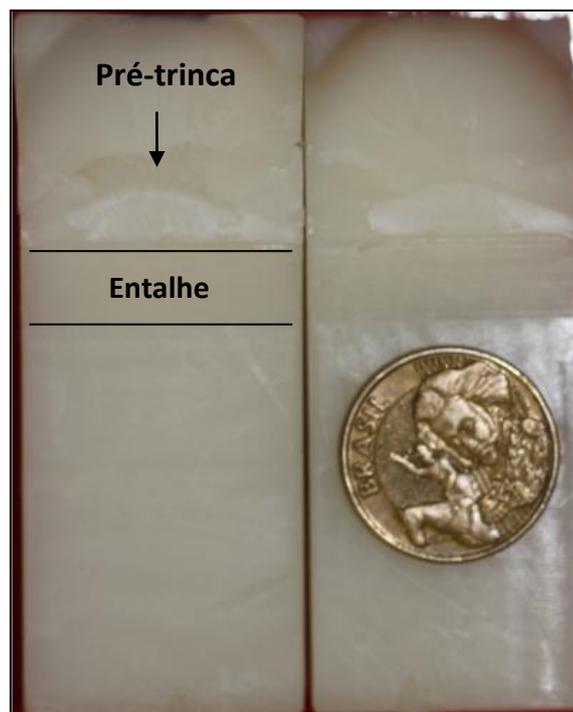


**Figura 59 - CPs imersos em Nitrogênio líquido.**



**Figura 60 - Uso de cunha para abertura de CPs.**

Superfícies de fratura dos corpos de prova resfriados podem ser observadas na Figura 61. Note na região acima da pré-trinca a zona de fratura frágil.

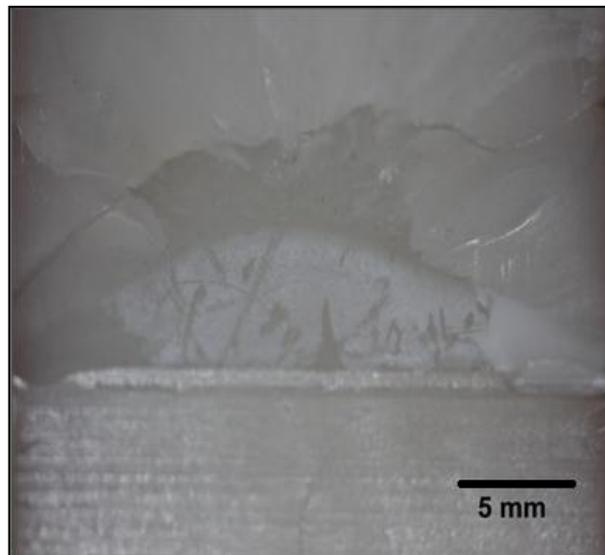


**Figura 61 - Superfície de fratura de corpos de prova após imersão em Nitrogênio líquido.**

Foram observadas três impedimentos para a continuação do uso deste método. Em primeiro lugar, a dificuldade de manusear e obter o nitrogênio líquido para a realização das análises. Em segundo, como a fratura se dava de forma frágil, os corpos de prova geralmente ficavam estilhaçados, dificultando para alguns casos a análise da superfície de fratura (Figura 62). Finalmente, em terceiro, a delimitação visual da pré-trinca não era bem definida devido a um baixo contraste entre a superfície frágil de fratura e a zona da pré-trinca (Figura 63).



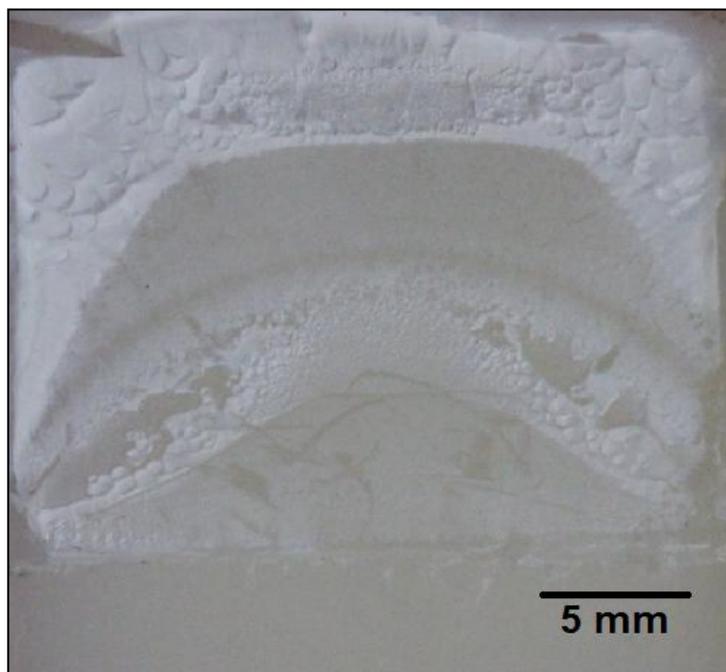
**Figura 62 - Ruptura de CPs com auxílio de uma cunha após imersão em nitrogênio líquido.**



**Figura 63 - Superfície de ruptura. Condições: 1Hz, 1000 ciclos.**

Similarmente à quebra por nitrogênio líquido, a abertura a temperatura ambiente não delimitava de forma adequada a superfície de fratura plástica da pré-trinca de fadiga. Portanto,

foi definido que o método para avaliar o comprimento final da pré-trinca resultante da ciclagem seria por líquido penetrante.



**Figura 64 - Ruptura à temperatura ambiente, exibindo zona de fratura plástica.**

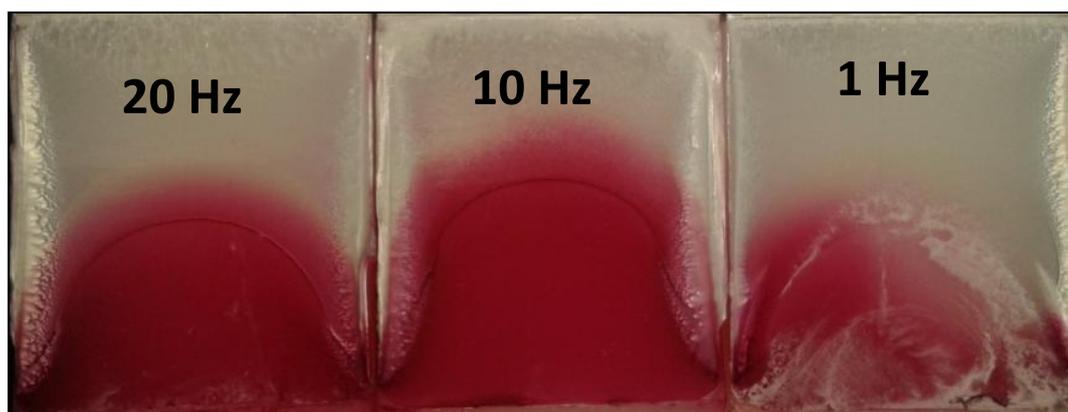
**c) Frequência de teste:**

Uma frequência foi definida para a realização dos ensaios de fadiga. Assim, três corpos de prova foram testados nas seguintes condições, em que abertura de entalhe, amplitude de deslocamento e número de ciclos foram definidos a partir de tentativas iniciais para abertura da pré-trinca e que se mostraram promissoras quanto a nuclear a pré-trinca:

- Frequência: 1 Hz; Abertura de entalhe: 0.4 mm; Amplitude de vibração: 0.19 mm; Número de ciclos: 20000.
- Frequência: 10 Hz; Abertura de entalhe: 0.4 mm; Amplitude de vibração: 0.19 mm; Número de ciclos: 20000.
- Frequência: 20 Hz; Abertura de entalhe: 0.4 mm; Amplitude de vibração: 0.19 mm; Número de ciclos: 20000.

Note que apenas a frequência foi variada nestes testes, cujo objetivo foi verificar o efeito da frequência no crescimento das pré-trincas por fadiga. Além disso, as condições de teste e abertura inicial do entalhe não levavam à ocorrência de deformação plástica.

A partir dos resultados experimentais, mostrados na Figura 65, concluiu-se que a frequência não afeta muito o efeito de tunelamento da pré-trinca, pois nas três frequências testadas o efeito de tunelamento lateral foi similar. É notável na Figura 65 que na frequência em 10 Hz (próxima àquela de transição vítrea), a frente de crescimento da trinca, ou seja, seu encurvamento, foi o menor gerado. Portanto, foi definido que a frequência de vibração do ensaio de fadiga ficaria em 10 Hz, pois segundo a teoria da Mecânica da Fratura Linear Elástica, a frente da pré-trinca deve ser o mais plana possível, ou seja, o mais paralela em relação à linha do entalhe.



**Figura 65 - Superfícies de fratura de corpos de prova fadigados em diferentes condições de frequência. Note que em 20 Hz e 1 Hz, há maior efeito de tunelamento, enquanto que em 10 Hz (valor próximo à  $T_g$ ), o efeito de tunelamento foi menor**

#### **4.2.2. Ensaio de Fadiga**

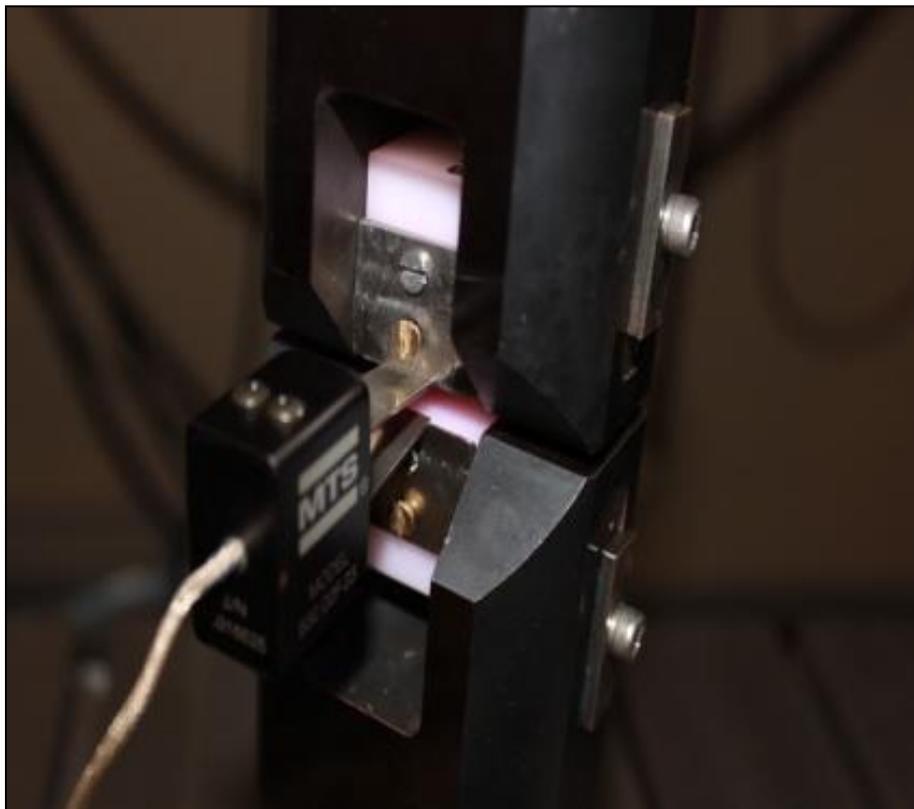
Polímeros semicristalinos possuem comportamento viscoelástico, portanto obter a pré-trinca é um processo difícil de realizar em razão das propriedades do material dependentes de tempo (relaxação de tensões) e da relação entre tensão e deformação ser fora de fase.

Devido a essa natureza característica, a abertura de pré-trincas em polímeros são geralmente realizadas com um corte com uma lâmina na ponta do entalhe, até que as dimensões da trinca estejam de acordo com a norma utilizada, um processo bem diferente da abertura de trincas por fadiga em metais.

Porém, este método de abertura de pré-trincas por lâminas não simula um plano ideal de trinca devido à curvatura existente na lâmina. Da mesma forma, o corte por lâmina pode danificar a matriz polimérica, fato que influencia no resultado final da tenacidade do material [8]. Alguns autores [7, 43] já propuseram metodologias de crescimento de pré-trincas por fadiga em polímeros, porém eles não identificam as condições utilizadas em seus experimentos.

O presente estudo focará no estabelecimento de uma metodologia que será usada para abrir pré-trincas por fadiga em polímeros usando o PEAD como material de estudo inicial. Uma condição necessária desta metodologia é que o estado de tensão na ponta do entalhe e, logo, o crescimento da trinca seja livre de deformação plástica o máximo possível, durante todo o período de carregamento cíclico.

Para tal, um ensaio de tração monotônico (Figura 66) utilizando um corpo de prova CT foi realizado para determinar a máxima carga suportada pelo corpo de prova. Para o PEAD, o resultado é apresentado na Figura 67, em que 1500 N aproximadamente é a força que causa grande abertura do entalhe e conseqüente deformação plástica em sua ponta. Para evitar essa zona plástica, a máxima carga de fadiga deve ser bem abaixo de 1500 N.



**Figura 66 - Ensaio de tração com CT entalhado sem pré-trinca e uso de clip gage.**

Outra importante característica a ser reduzida é o tunelamento nas pré-trincas, causado pela grande diferença de estados de tensão ao longo do entalhe e da ponta da trinca, ou seja, enquanto nas bordas se desenvolve um estado plano de tensões (bidimensional), na ponta da trinca se desenvolve um estado plano de deformação (tridimensional).

Esses diferentes regimes podem ser evidenciados pela superfície de fratura do corpo de prova, em que ocorre cisalhamento nas bordas com ruptura em 45°, indicando um estado plano de tensões nesta zona e no embranquecimento denunciando deformação plástica, (Figura 68).

Em materiais dúcteis como polímeros, essa diferença é muito pronunciada e o tunelamento ocorre. Trincas muito tuneladas não são permitidas para computação de valores de  $K_{IC}$  ou CTOD (*Crack Tip Opening Displacement* - outra metodologia para avaliar a tenacidade dos materiais).

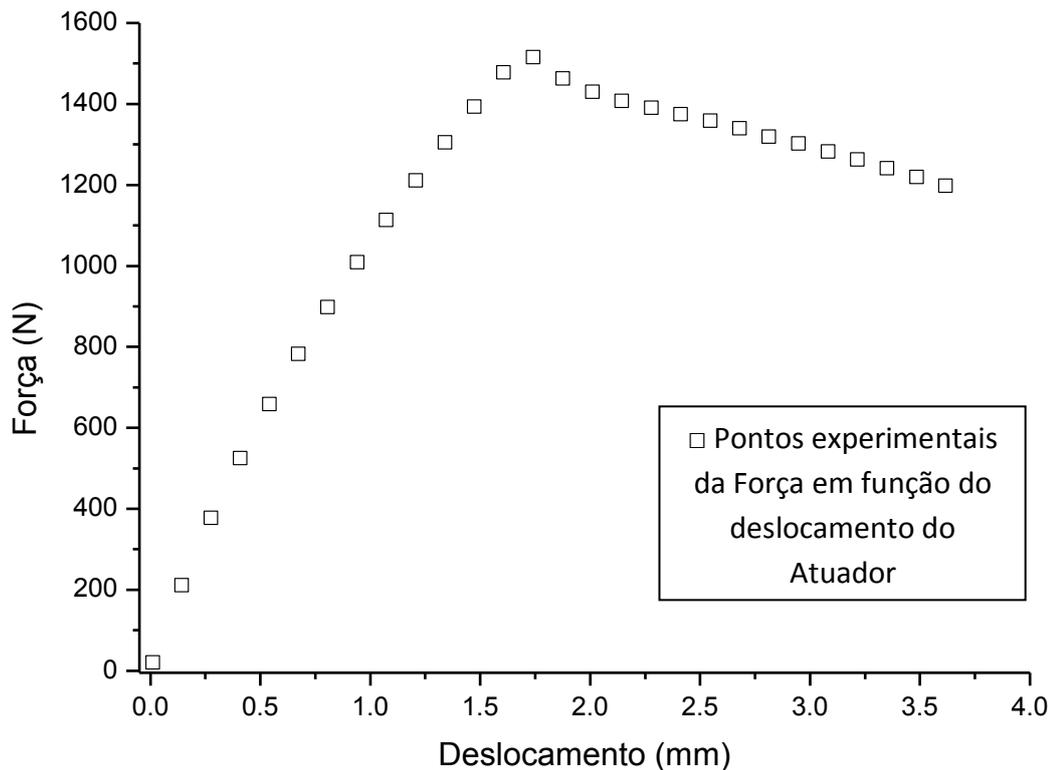
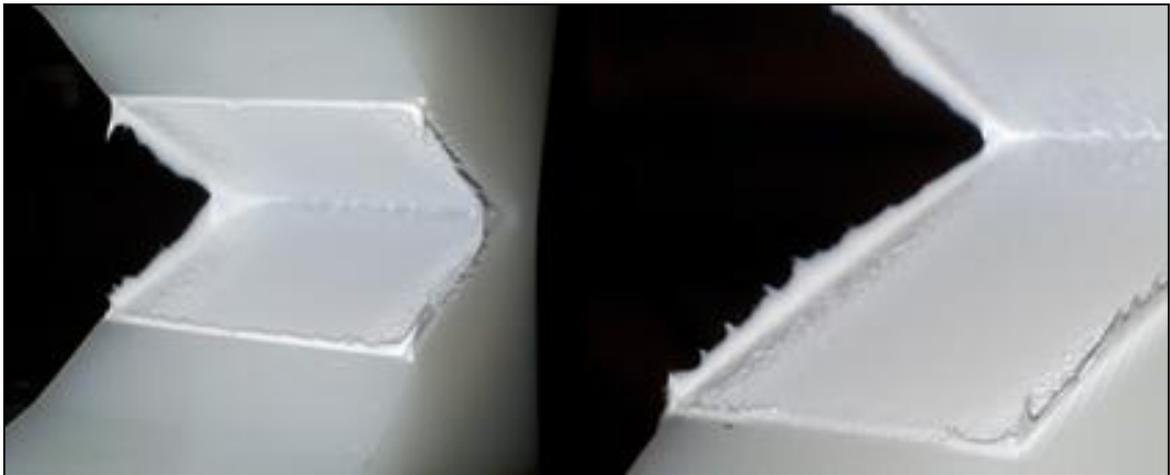


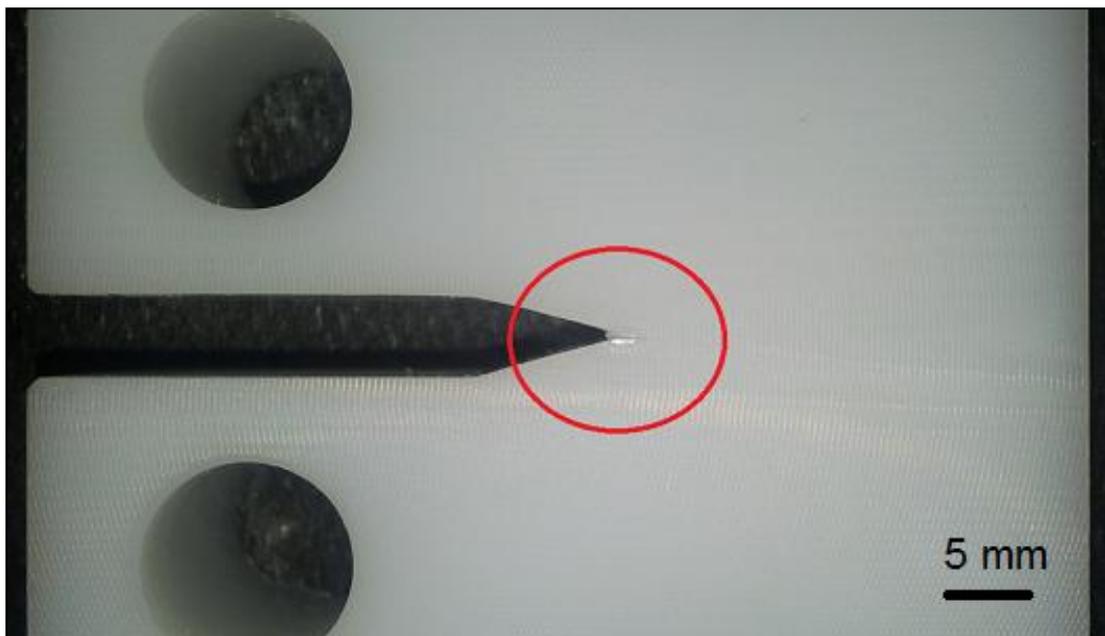
Figura 67 - Ensaio de tração com corpo de prova não fadigado (sem pré-trinca) a medida que foi feita com o deslocamento do atuador da servohidráulica.



**Figura 68 - Superfícies de ruptura. Note no cisalhamento na lateral com ruptura em 45° indicando um estado plano de tensões nesta zona e no embranquecimento denunciando deformação plástica.**

Vários corpos de prova CT foram testados com diferentes frequências e as condições que resultaram em um nível mínimo de tunelamento ficou em 10 Hz de ciclagem, valor próximo à Tg do material (11 Hz). A frequência de 11 Hz não foi utilizada em razão de limitações da máquina quanto ao teste, pois esta frequência era muito próxima à ressonância do equipamento para as condições de teste.

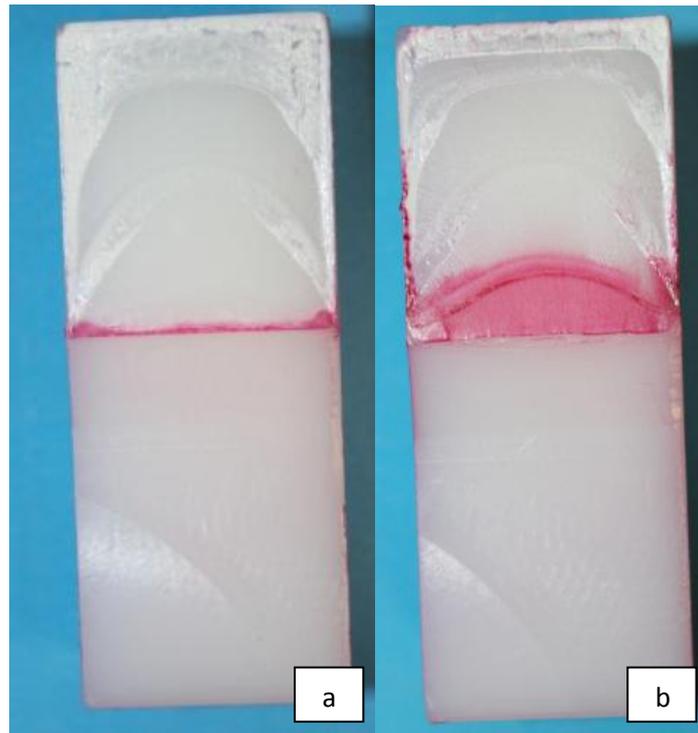
No entanto, no presente estudo, a única forma de reduzir o tunelamento das trincas foi executando um pequeno corte nas laterais do entalhe, com profundidade em torno de 1 mm, na superfície do CT - Figura 69. Internamente, este corte se assemelha a um triângulo devido a posição de corte da lâmina (diagonal à superfície).



**Figura 69 - Introdução de pequeno corte nas laterais do entalhe visando reduzir efeitos de tunelamento.**

Os experimentos mostraram que um corte ao longo do comprimento do entalhe era condição necessária para abertura da trinca. Sem isso, as trincas não propagavam como mostram a Figura 70-a e a Figura 70-b.

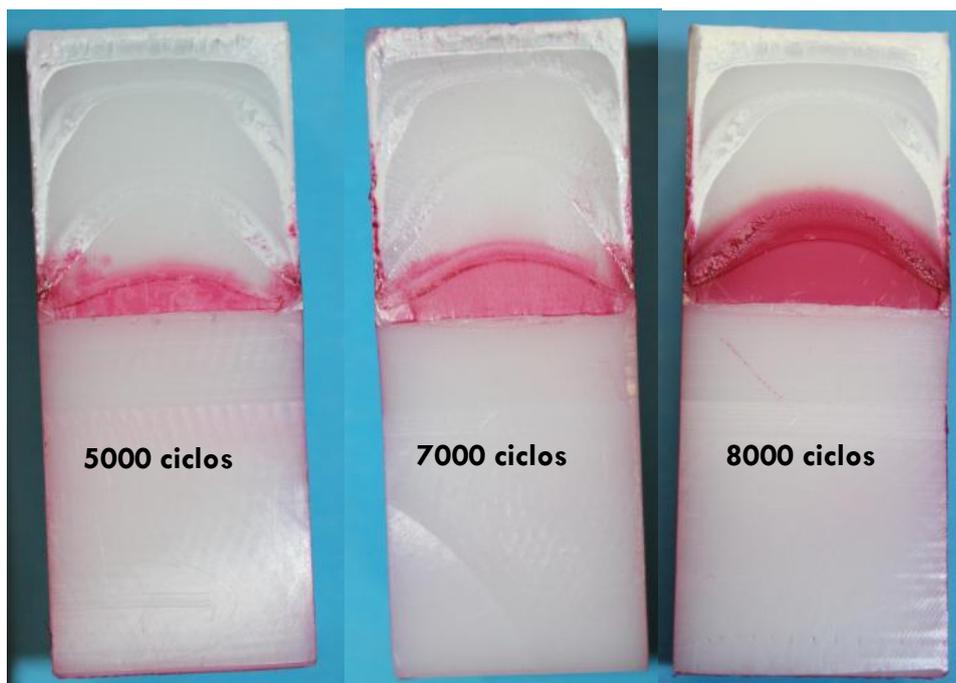
Esse pequeno corte é o iniciador da trinca devido a concentrar tensões locais. A profundidade deste corte foi de aproximadamente 1 mm.



**Figura 70 - Na Figura70- a, corpo de prova ciclado sem corte inicial ao longo do comprimento do entalhe. Na Figura 70-b, outro corpo de prova ciclado nas mesmas condições, porém com corte prévio ao longo do entalhe.**

O número de ciclos de fadiga tem efeito no comprimento final da trinca. Para avaliar essa influência, três corpos de prova foram ciclados nas mesmas condições de frequência e carregamento (10 Hz,  $R=0,1$ ), durante três diferentes períodos (5000, 7000 e 8000 ciclos).

Os resultados são apresentados na Figura 71, onde se observa que quanto maior o número de ciclos, mais a trinca de fadiga cresce. Porém, nestes três números de ciclos analisados, o tunelamento tem um efeito quanto maior o número de ciclos.



**Figura 71 - Crescimento das trincas por fadiga em função do tempo.**

O parâmetro R (razão entre carga mínima e máxima de carregamento) é muito importante na elaboração desta metodologia, pois dependendo de seu valor, diferentes efeitos foram observados na abertura de trincas.

Assim, foram avaliadas a seguir três metodologias diferentes de carregamento em função do número de ciclos durante o ensaio. A evolução da carga para cada caso pode ser representada na Figura 72.

(1) A abertura do entalhe do corpo de prova CT foi deslocada em 0,75 mm (veja na Figura 67 - Ensaio Monotônico) e após ciclado com uma amplitude de 0,25 mm, que leva a uma carga máxima e mínima de 1175 N e 327 N, respectivamente. O corpo de prova relaxava em torno 1000 ciclos, reduzindo assim a carga na ponta do entalhe/ponta da trinca. Conforme R aumenta em razão do fenômeno de relaxação no material, o corpo de prova CT foi recarregado a cada 500 ciclos através de uma elevação de deslocamento da ordem de 0,02 mm, fato que permitiu que R ficasse fixo em 0,1 durante toda a ciclagem. Este recarregamento é mostrado na Figura 72 cujos dados são representados por triângulos. Esse tipo de ciclagem com recarregamento é conhecido como *stepwise fatigue* ou fadiga em degraus.

(2) Ensaio sem recarga durante o teste e permitindo a relaxação do material durante todo o ensaio. Neste caso, o corpo de prova CT foi carregado com 0,4 mm de abertura do entalhe, ciclado com uma amplitude de 0,095 mm durante 20000 ciclos. O valor de R não foi constante durante o teste. Os dados estão representados em forma de círculos na Figura 72.

(3) Condição de teste similar a (1) - deslocamento de 0,75 mm, amplitude de 0,25 mm,  $R = 0,1$ , porém permitindo que o corpo de prova CT relaxasse durante todo o teste (7000 ciclos). Os dados estão representados por quadrados na Figura 72.

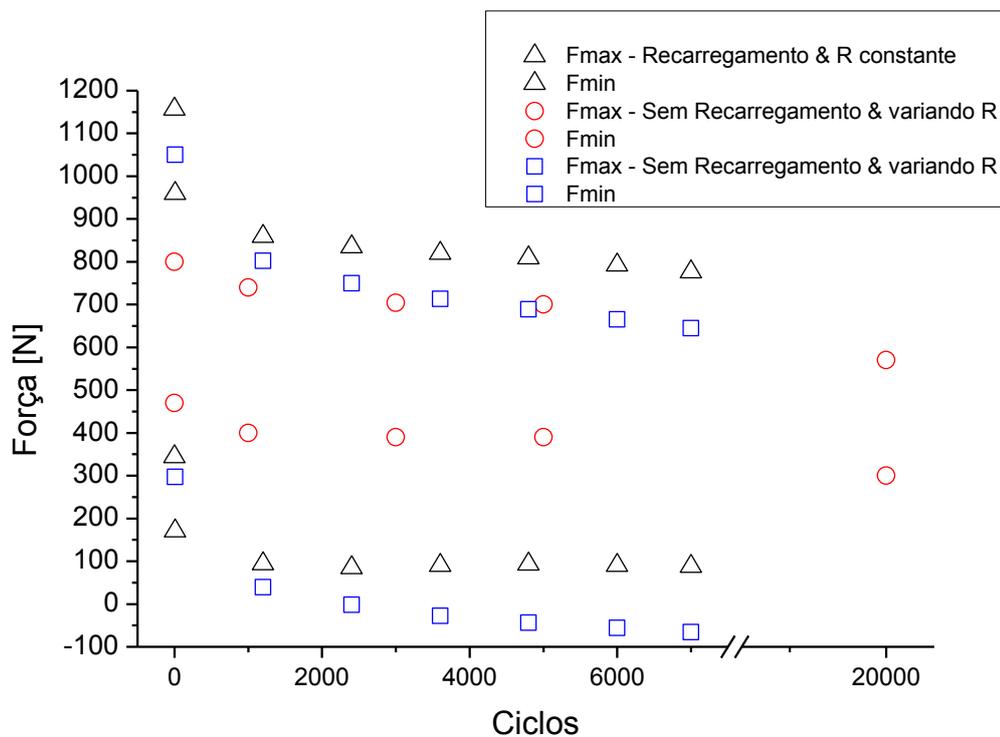
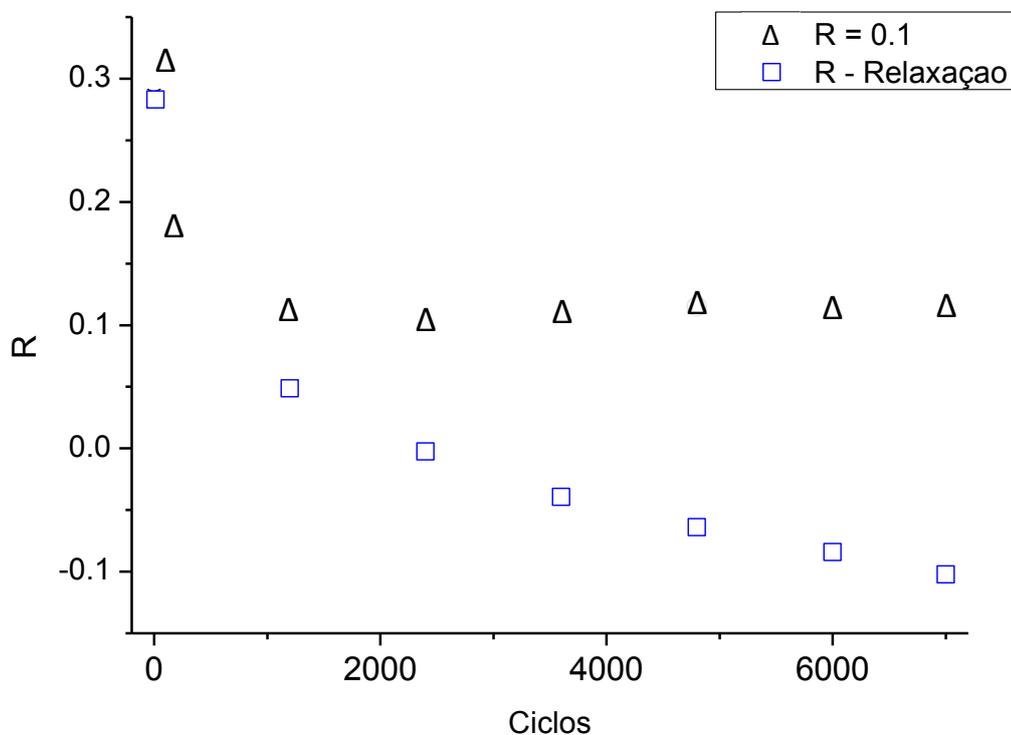


Figura 72 - Forças máxima e mínima medidas durante ensaios de fadiga para abertura de trinca.

A condição (1) resultou no melhor crescimento de trinca, em que uma maior carga inicial foi aplicada e por 1000 ciclos se permitiu que o material relaxasse, porém mantendo R constante em 0,1 a partir do recarregamento, chamada condição de fadiga em degraus ou *stepwise fatigue*. Foi concluído que o recarregamento durante a ciclagem providenciará um crescimento da frente da trinca mais rápido e de forma mais controlada.

A Figura 73 apresenta o comportamento de R durante o ensaio de abertura de pré-trincas por fadiga dos corpos de prova de PEAD. Os símbolos em forma de círculo representam um caso de ensaio em modo de *stepwise fatigue* mantendo R constante a 0,1 após 1000 ciclos, enquanto que os símbolos quadrilateros representam um caso típico de fadiga com relaxação de outro corpo de prova com as mesmas condições de teste iniciais que do caso anterior. Como se observou, o modo de *stepwise fatigue* foi a melhor condição de ensaio, resultando numa abertura de trinca mais controlada.



**Figura 73 - R como função do número de ciclos para as condições em *stepwise fatigue* (R=0.1) e condição em relaxação.**

Após vários testes em variadas condições, uma metodologia adequada para abertura e crescimento de trincas foi estabelecida em que trincas cresceram até 6 mm, valor condizente com a norma quanto à geometria do corpo de prova utilizado ( $0,45 \leq a/w \leq 0,55 = 22,95 \text{ mm} \leq a \leq 28,05 \text{ mm}$  - a: comprimento da trinca, w: largura). A frente da trinca também se adequou aos requerimentos das normas ASTM para ensaios de fratura, como apresentada na Figura 74.

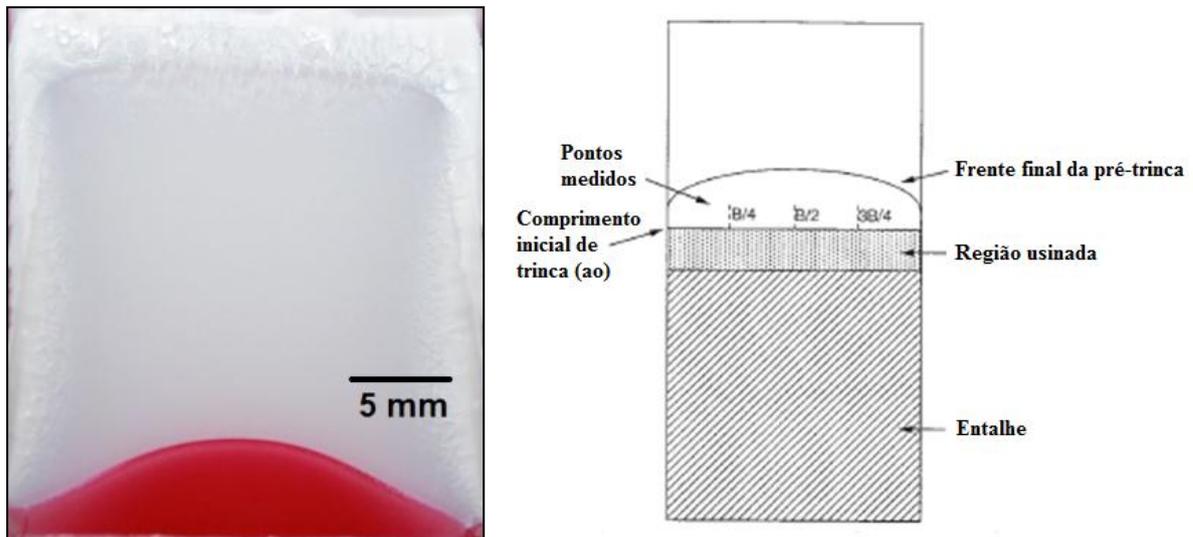


Figura 74 - À esquerda, superfície de fratura do corpo de prova exibindo a frente de trinca de acordo com as normas ASTM para ensaios de fratura. À direita, pré-trinca sugerida por norma (adaptado de ASTM D6068).

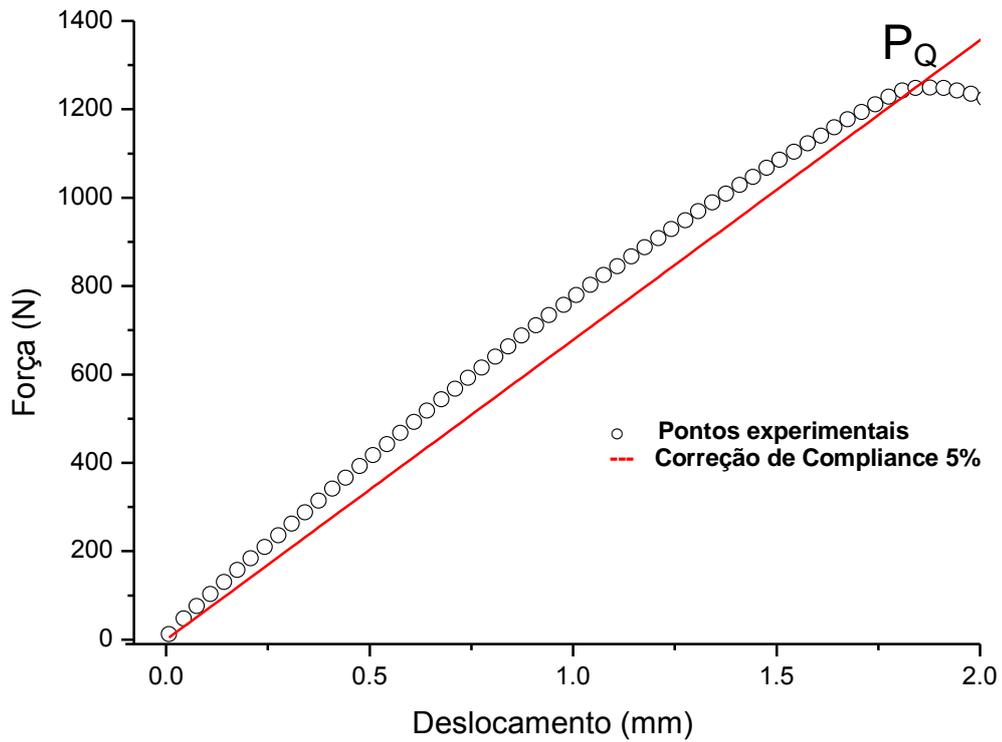
### 4.3. Avaliação de $K_{IC}$ (MFLE)

Após a abertura da pré-trinca por fadiga, conforme metodologia acima, corpos de prova CT foram ensaiados segundo a norma ASTM D5045 para verificar se eles atingiriam a condição de estado plano de deformação durante a avaliação de sua tenacidade à fratura.

Os testes foram realizados na servo-hidráulica MTS Landmark® com velocidade de deslocamento do travessão (abertura do entalhe) de 10 mm/min. O resultado de um dos três ensaios é observado abaixo na Figura 75. Os outros resultados forneceram curvas semelhantes. Ressalta-se que os próximos cálculos utilizaram valores de apenas um dos ensaios realizados.

Na curva obtida do ensaio de  $K_{IC}$ , uma reta secante a 5% (valor imposto pela norma ASTM D5045), chamada de correção *Compliance* ou Flexibilidade, foi utilizada para corrigir a deformação plástica na região dos pinos da garra de ensaio.

- ***Compliance* ou Flexibilidade:** é o inverso da rigidez, ou seja, quanto um material escoar quando uma força é aplicada. Esse fator corrige a curva do ensaio de fratura de forma a considerar a deformação plástica que ocorre no material na zona dos pinos da garra de ensaio [44].



**Figura 75 - Dados do ensaio de tenacidade à fratura.**

Um valor válido de  $K_{IC}$  é aceito se o seguinte critério é atendido pela Equação 32, cujos cálculos envolvem a determinação do parâmetro  $K_Q$ .

**Equação 32**

$$2.5 \left( \frac{K_Q}{\sigma_Y} \right)^2 < B, a, (W - a)$$

Onde:

- $\sigma_Y$  = tensão de escoamento;
- $B$  = espessura do corpo de prova em m;
- $W$  = largura do corpo de prova em m;
- $a$  = comprimento da trinca em m.

Se a condição acima é verdadeira, logo  $K_Q = K_{IC}$  e o ensaio de tenacidade à fratura será válido. Mas  $K_Q$  é calculado a partir de  $P_Q$ , obtido pelo ensaio de fratura com correção de *compliance* a 5% (reta secante - como apresentado na Figura 75).  $P_Q$  será o valor da intersecção da reta de *compliance* com a curva do ensaio.  $K_Q$  é calculado pela equação Equação 33:

**Equação 33**

$$K_Q = \left( \frac{P_Q}{BW^{\frac{1}{2}}} \right) f(x)$$

Onde:

- $P_Q$  é o ponto de intersecção da reta secante (5% *compliance*) na curva Força x Deslocamento ( $P_Q = 1200$  N);
- $f(x)$  ou fator de forma é a função cujo valor é dado pela Equação 34 dada pela norma ASTM D5045:

**Equação 34**

$$f(x) = \frac{(2 + x)(0.886 + 4.64x - 13.32x^2 + 14.72x^3 - 5.6x^4)}{(1 - x)^{\frac{3}{2}}}$$

Com  $x = a/W = 0,098$  aproximadamente.

A informação quanto à geometria do corpo de prova são dadas abaixo.

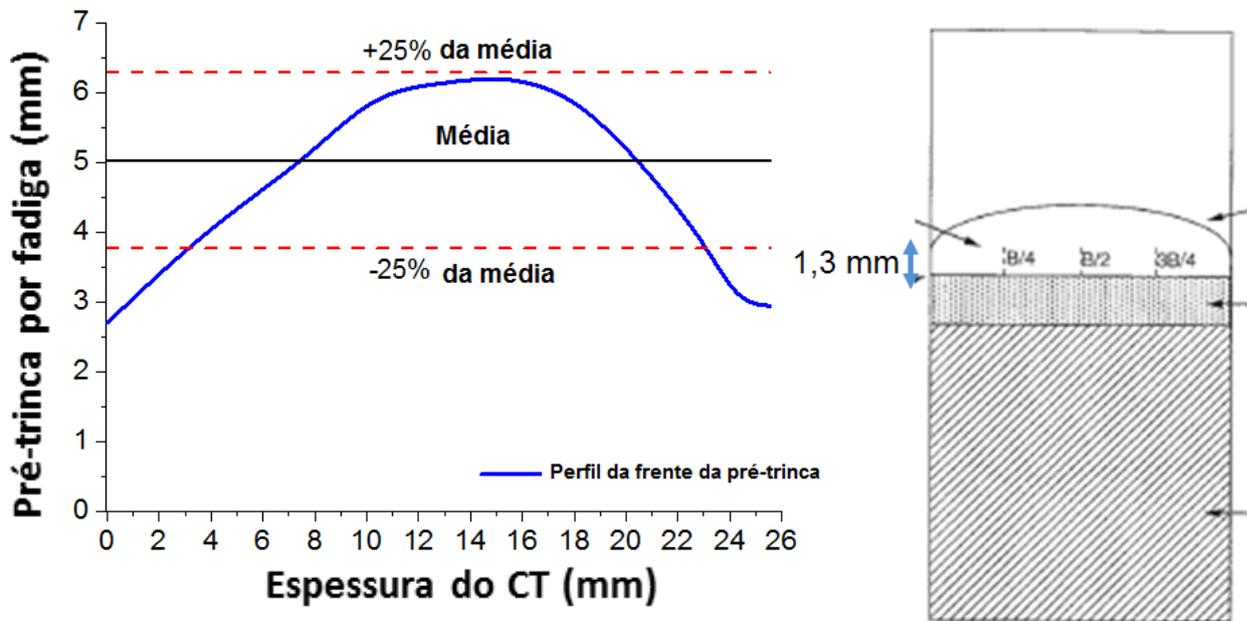
- B é a espessura do corpo de prova = 0,0255 m (25,5 mm);
- W é a largura do corpo de prova = 0,051 m (51,0 mm);
- a é o comprimento da trinca, medido a partir da abertura do entalhe até a frente da pré-trinca, onde  $0,45W < a < 0,55W = 22,95 \text{ mm} < a < 28,05 \text{ mm}$ . Com esta condição geométrica, as pré-trincas podem ter entre 1 e 6 mm de comprimento segundo a norma ASTM D5045.

As pré-trincas obtidas por fadiga para os três CTs testados possuem comprimento em torno de 5 mm, cuja média foi de 4,869 mm. Esse valor médio foi medido pelo projetor de perfil, fornecido na Tabela 5 e a tensão de escoamento é obtida a partir da média dos valores fornecidos pelos ensaios de tração mostrados na Tabela 4 (média igual a 26.45 MPa).

Na Figura 76, para o corpo de prova 3 da Tabela 5, observa-se que a máxima altura de pré-trinca atingiu 6,250 mm e sua geometria apresenta grande tunelamento em relação àquela sugerida pela norma ASTM E399 ( $K_{IC}$  para metais). Usamos esta norma como base porque a ASTM D5045 não contém informações a respeito da obtenção de pré-trincas obtidas por fadiga, somente com abertura por lâmina. É notável que nas regiões das bordas a altura final da pré-trinca gerada pela metodologia é menor que o valor padrão.

**Tabela 5 - Altura de pré-trinca por fadiga obtida após ensaio de tenacidade à fratura. Dimensões em mm.**

CP	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	a <sub>10</sub>	a <sub>m</sub>
1	1,574	3,730	5,584	5,929	6,565	6,488	6,024	5,683	3,897	1,621	5,055
2	2,838	3,347	4,427	5,601	5,78	5,83	5,487	4,261	3,205	2,782	4,528
3	2,701	4,052	5,048	5,998	6,130	6,250	5,980	5,052	3,887	2,943	5,024



**Figura 76 - Avaliação visual da geometria da pré-trinca obtida pela metodologia e trinca sugerida por norma para mesma altura média final.**

Segundo norma equivalente para o ensaio de  $K_{IC}$  de metais que é a ASTM E399, são dois os critérios de validade da pré-trinca por fadiga. O primeiro é que a pré-trinca tenha uma altura de no mínimo  $0,025W = 1,3 \text{ mm}$  para ser considerada válida. Segundo este critério, a pré-trinca obtida pela metodologia proposta por este trabalho é válida.

O segundo é que a geometria da pré-trinca seja de tal forma que a frente da pré-trinca seja o mais plana possível em relação à linha do entalhe, ou seja, uma pré-trinca o menos encurvada por efeitos de tunelamento possível. Neste critério, a pré-trinca obtida pela metodologia proposta pelo trabalho não é adequada em razão dos efeitos de tunelamento nas laterais da pré-trinca.

A norma ASTM D5045, que avalia  $K_{IC}$  para polímeros, não sugere abertura de pré-trincas por fadiga, mas a abertura por corte com lâmina. Isto validaria automaticamente a pré-trinca obtida pelo primeiro critério de geometria da pré-trinca da norma de metais e também da de polímeros, em razão desta atender a condição de uma frente plana em relação à linha do entalhe. Porém, a pré-trinca seria inválida pelo segundo critério da ASTM E399, pois devido aos efeitos de tunelamento, a geometria encurvada da pré-trinca seria inválida para o ensaio de  $K_{IC}$ . Veja na Figura 77 a diferença geométrica entre as pré-trincas obtidas por fadiga e por lâmina.

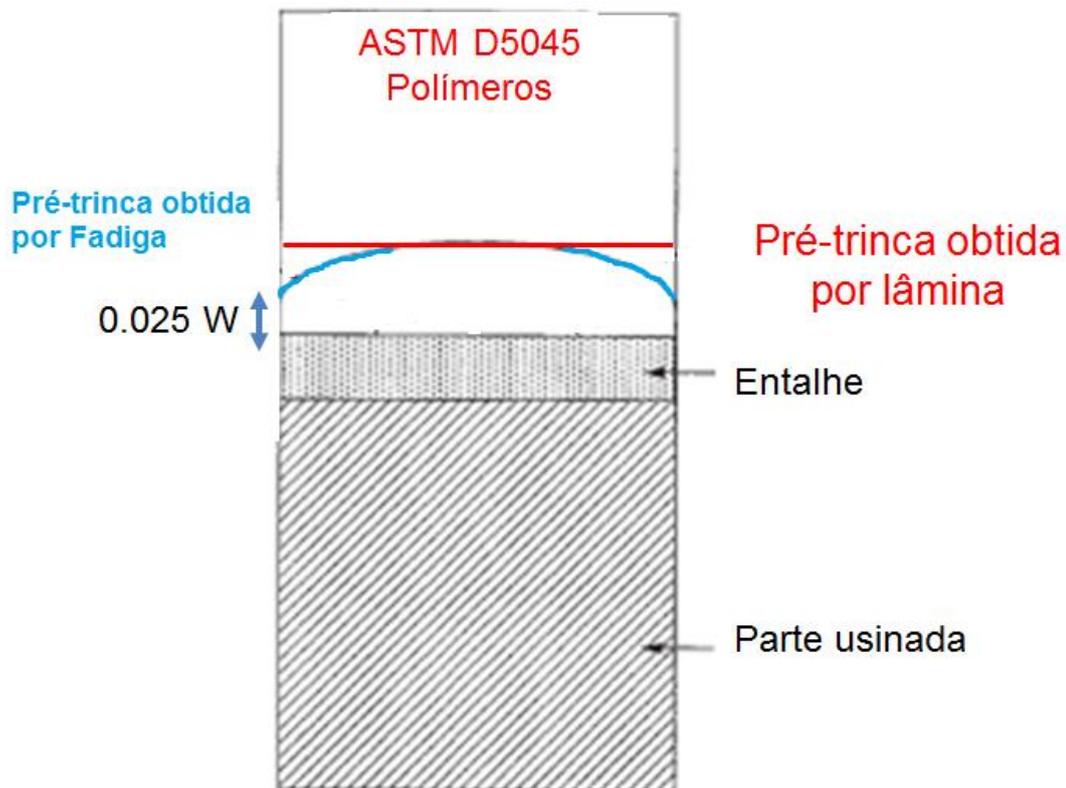


Figura 77 - Comparação entre as pré-trincas obtidas por fadiga e por lâmina. Adaptado de ASTM D6068.

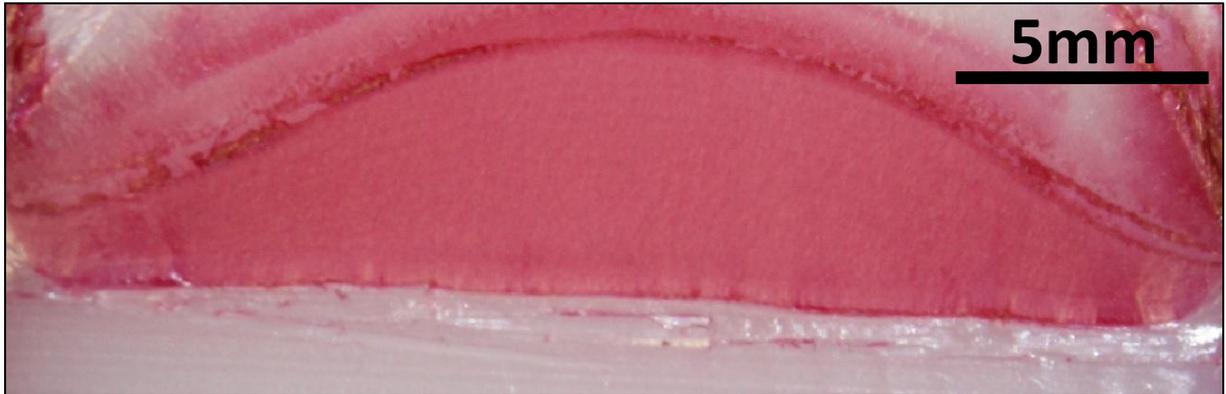
É uma deficiência da norma ASTM D5045 não fornecer informações a respeito dos critérios de validade quanto a pré-trincas por fadiga. Assim, a única condição que esta norma solicita para que a pré-trinca seja válida é que seu comprimento seja no mínimo  $0,025W = 1,3$  mm, condição atendida pela pré-trinca obtida pela metodologia que foi proposta.

Portanto, a pré-trinca obtida pela metodologia proposta é válida segundo norma ASTM D5045, mas é necessário que a norma seja revista para atender melhor às condições de abertura de pré-trincas por fadiga. Isto é necessário porque, apesar de a trinca ter uma geometria com frente menos plana, o raio de curvatura de pré-trincas por fadiga tende a zero. Isto afeta os resultados dos ensaios de  $K_{IC}$ , chegando a diferenças que atingem até mais de 100% entre abertura por lâmina e por fadiga.

Portanto, resultados mais conservadores são obtidos com pré-trincas por fadiga e, apesar de se perder quanto ao aspecto geométrico da pré-trinca em razão dos efeitos de tunelamento, ganha-se muito ao se obter pré-trincas com raio de curvatura tendendo a zero.

Um exemplo de norma para polímeros que tem critérios de validade para pré-trincas por fadiga é a norma ASTM D6068 para Mecânica da Fratura Elastoplástica. Ela considera crescimento estável de trinca e sugere como critério de validade de pré-trincas que seja traçada uma média do comprimento da pré-trinca obtida e verificar se a frente da pré-trinca ficaria abaixo de 25% da média e acima de -25% da média, sendo considerada válida ao atender estes critérios. Como se observa na Figura 76, a pré-trinca obtida atenderia a condição superior, mas não à inferior. Um critério semelhante poderia se acrescentar na norma ASTM D5045 para poder se avaliar a validade das pré-trincas por fadiga.

Isso evidencia a dificuldade em se trabalhar com materiais viscoelásticos que sofrem efeitos de relaxação de tensões, fato que dificulta o crescimento da pré-trinca, sobretudo nas regiões onde o estado de tensões é plano como nas bordas. Pode-se contornar este problema utilizando entalhes do tipo Chevron ou usinando as bordas do corpo de prova após a geração da pré-trinca. Na Figura 78 se observa uma pré-trinca real obtida de outro corpo de prova, com altura final em torno de 5 mm. Note que o efeito de tunelamento nas bordas é tão presente quanto no esquema da Figura 76.



**Figura 78 - Pré-trinca por fadiga.**

Com os dados da Figura 75, é possível obter o valor de  $P_Q = 1,2 \text{ kN}$ . Assim, o valor  $K_Q = 0,569 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ , pois, pela Equação 33:

$$K_Q = \left( \frac{1200}{0,0255 * 0,051^{\frac{1}{2}}} \right) * 0,098 = 0,57 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

Finalmente, pela Equação 32:

$$2.5 \left( \frac{K_Q}{\sigma_Y} \right)^2 = 2.5 \left( \frac{0,569}{26,45} \right)^2 = 0,00116 \text{ m} = 1,16 \text{ mm} < B, a, (W - a)$$

$K_Q = K_{IC} = 0,57 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  e assim o valor obtido é válido conforme a metodologia utilizada para abertura de trincas e tenacidade à fratura no regime linear elástico.

O método de introdução de trincas em ensaios de tenacidade à fratura para plásticos tem um efeito significante na medida do valor de tenacidade à fratura. Foi mostrado que valores de tenacidade à fratura podem ser significativamente menores para corpos de prova com pré-trincas por fadiga que para corpos de prova cujas pré-trincas têm raio de curvatura com valor finito [9].

Alguns autores fizeram a medição do parâmetro  $K_{IC}$  para o PEAD. Por exemplo, Ulmanu et al. [7] obtiveram um valor de  $0,743 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  usando como metodologia de abertura de trinca a técnica de fadiga em degraus ou *stepwise fatigue*, entalhe do tipo Chevron, frequência de 5 Hz e  $R = 0,1$ . Do ponto de vista prático, não há diferenças entre os valores medidos neste trabalho com a elaboração da nova metodologia de abertura de pré-trincas por fadiga e por Ulmanu et al [7]; porém, uma diferença de 25% entre os resultados é

grande o suficiente e maior atenção deve ser dada à metodologia utilizada por que ela deve responder bem ao ensaio de tenacidade à fratura. Baterzak et al. [45] obtiveram um valor de  $2,05 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  para o PEAD, mas os autores não informaram como a trinca foi gerada.

A velocidade de teste, ou seja, de abertura do entalhe no ensaio de tenacidade à fratura também influenciará no valor final de  $K_{IC}$ . Andreassen e Nord [46] apresentaram resultados de tenacidade à fratura do PEAD em condições de impacto que resultam em fratura semi-frágil com ocorrência do mecanismo de *crazing* que contribui para a resistência à fratura. A velocidade de impacto foi de 1 m/s em temperatura ambiente e as pré-trincas foram abertas por lâmina. Andreassen e Nord obtiveram um valor válido de  $K_{IC}$  de em média  $1,66 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  e sugeriram que a espessura dos corpos de prova e sua forma de processamento tem influência no valor final de tenacidade à fratura.

Da mesma forma, Plati e Willians [47] reportaram o efeito da criogenia no valor final de tenacidade à fratura do material. Os autores obtiveram um valor de  $1,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  à temperatura de  $-63^\circ\text{C}$  de ensaio. Isso mostra que o comportamento do PEAD a temperatura ambiente e baixas taxas de deformação é tenaz, enquanto que em condições criogênicas ou de impacto se torna frágil.

Na Tabela 6 é possível analisar quantitativamente a diferença entre os valores de  $K_{IC}$  segundo as diferentes metodologias. Nota-se que o valor obtido pela metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga é menor que aqueles com abertura por lâmina, representando um resultado mais conservador.

**Tabela 6 - Diferenças quantitativas entre os valores de tenacidade à fratura.**

<b>Autor</b>	<b>Tenacidade à fratura MPa. m<sup>1/2</sup></b>	<b>Diferença percentual</b>
<b>Neste trabalho (abertura por fadiga)</b>	<b>0.57</b>	<b>-</b>
<b>Ulmanu et al. (abertura por fadiga)</b>	<b>0.74</b>	<b>+30%</b>
<b>Baterzak et al. (abertura por lâmina)</b>	<b>2.05</b>	<b>+260%</b>
<b>Andreassen e Nord (alta velocidade)</b>	<b>1.66</b>	<b>+191%</b>
<b>Plati e Willians (baixa temperatura)</b>	<b>1</b>	<b>+75%</b>

Portanto, o parâmetro  $K_{IC}$  depende do raio de curvatura o mais agudo possível, assim como que das condições de teste (metodologia experimental adotada). É evidente que o método utilizado para abrir a pré-trinca por fadiga se torna muito importante. A pré-trinca pode ser aberta por lâmina, levando a maiores valores de  $K_{IC}$ , ou pela metodologia de pré-trincas por fadiga proposta neste trabalho que ainda precisa de maiores investigações a respeito, por exemplo, analisando a dependência do procedimento com o tipo de polímero, espessura do corpo de prova, processamento do material utilizado, velocidade de teste e temperatura de ensaio.

## 5. Conclusões

Os ensaios DMA e de tração forneceram valores que estão de acordo com aqueles da literatura [42]. Além disso, a partir da determinação da  $T_g$  foi possível abrir a pré-trinca por fadiga, sendo o efeito da viscoelasticidade quase que eliminado.

Os ensaios de abertura e crescimento de trinca por fadiga se mostraram promissores, pois houve aparecimento da pré-trinca durante ciclagem nas condições determinadas pela metodologia proposta neste estudo. Pelos resultados obtidos, o aparecimento e crescimento da pré-trinca para o PEAD está fortemente relacionado à razão de carga mínima e máxima de teste  $R$  em torno de 0,1 que torna o processo de crescimento da trinca mais controlado; ao recarregamento durante o ensaio ou fadiga em degraus (*stepwise fatigue*) de forma a manter  $R$  próximo ao valor inicial; ao deslocamento final da garra que está relacionado ao valor de recarga do corpo de prova durante o ensaio; e ao número de ciclos do teste que influenciará no comprimento final da trinca.

A razão  $R$  em torno de 0,1, ou seja, com recarregamento durante o ensaio ou fadiga em degraus foi aquela condição de teste que providenciou os melhores resultados. Além disso, mostra-se necessário que se faça um pequeno corte com estilete antes da ciclagem em torno da ponta do entalhe e nas laterais, criando-se assim um concentrador de tensões local que facilita a abertura da trinca e reduz o tunelamento.

Ensaio de fadiga ainda evidenciam o tunelamento da pré-trinca durante seu crescimento e efeitos de plasticidade na lateral do corpo de prova (indesejáveis), fato este devido ao estado plano de tensão desenvolvido próximo a superfície. Dessa forma, ainda são necessárias melhorias na metodologia de abertura de trincas por fadiga a fim de diminuir este efeito indesejável.

A frequência de teste parece influenciar na intensidade de tunelamento da trinca. A ciclagem em 10 Hz, ou seja, aquela mais próxima da  $T_g$  foi a condição cuja trinca foi desenvolvida foi a menos tunelada. O tunelamento é indesejável porque a sua presença pode invalidar os resultados dos ensaios de fratura e a geometria da trinca se torna incompatível com o padrão definido pelas normas de ensaios de fratura.

Enfim, foi elaborada uma metodologia de abertura e crescimento de pré-trincas por fadiga com trincas de geometria pertinente às normas vigentes. Ensaio para avaliar a tenacidade à fratura para cálculo de  $K_{IC}$  foram realizados para o PEAD e os mesmos atenderam à norma ASTM D 5045. O valor medido foi de  $K_{IC} = 0,57 \text{ MPa.m}^{0.5}$ .

## 6. Trabalhos Futuros

Este trabalho abordou sobre a elaboração de uma metodologia de abertura de pré-trinca por fadiga para Polietileno de Alta Densidade (PEAD). Como sugestão para trabalhos futuros, a metodologia poderia ser estendida para outros materiais poliméricos de uso muito comum na indústria de petróleo, como Fluoreto de Poli(Vinilideno) - PVDF ou Poliamida 11 - PA-11. Dessa forma, verificaria-se se tal metodologia também é válida para outros materiais poliméricos.

Além disso, a avaliação da tenacidade à fratura do PEAD e de outros polímeros poderia se analisar nos domínios da Mecânica da Fratura Elastoplástica, com testes de CTOD ou Integral-J. Parâmetros de ensaio, tais como temperatura, podem ser variados para verificar o efeito na tenacidade à fratura resultante.

Enfim, a questão da validade da pré-trinca obtida deve ser vista em detalhes, inclusive com sugestões visando a melhoria da norma ASTM D5045 que não especifica o quanto de efeito de tunelamento pode possuir a pré-trinca elaborada.

## 7. Referências Bibliográficas

- [1] 4Subsea, “Un-bonded Flexible Risers - Recent Field Experience and Actions for Increased Robustness,” PO Box 99, 1378 Nesbru, 2013; 2013.
- [2] C. E. KRISTENSEN, “Stavanger - Statoil Integrity management and operational experiences of flexible risers,” 2013.
- [3] N. C. OLIVIER, Análise de Falha de Camada Polimérica Externa de Cabos Umbilicais, tese de doutorado apresentada à escola politécnica da USP, 2007;., 2007.
- [4] H. ROSSMANITH, “The Struggle for Recognition of Engineering Fracture Mechanics,” *Institute of Mechanics, Vienna University of Technology;*.
- [5] T. CASIRAGHI, G. CASTIGLIONI e T. RONCHETTI, “Fracture mechanics of polymers. Critical evaluation for linear elastic behaviour at high speed testing,” *Journal of Materials Science*, pp. Volume 23, Issue 2, pp 459-466;., 1988.
- [6] M. PARSONS, E. STEPANOV, H. A. e E. BAER, “Correlation of stepwise fatigue and creep slow crack growth in high density polyethylene,” *Department of Macromolecular Science and the Center for Applied 7 Copyright © 2014 by ASME Polymer Research*, 2014.
- [7] ULMANU V.; DRAGHICI G.; ALUCHI V., “Mechanics testing High Density Polyethylene (HDPE) Pipe Material with Compact Tension (CT) Specimens,” *Journal of Engineering Studies and Research - Volume 17 (2011) No. 3;*, 2011.
- [8] CHAN; WILLIAMS, “Plane Strain Fracture Toughness Testing of High Density Polyethylene,” n. pages 1019 -1026, 1981.
- [9] CAYARD, BRADLEY, “The Effect of Various Precracking Techniques on the Fracture Toughness of Plastics,” *Advances in Fracture Research Vol 4*, p. 2713, 1989.
- [10] H. LESTER, “History and Physical Chemistry of HDPE,” PhD P.E..
- [11] BROWN, E.L.; BRAY, K.; BURSTEN, B. E., Química e Ciência Central, 9 ed, 2004.
- [12] A. A. U. TORRES, “Envelhecimento físico-químico de tubulações de Polietileno de Alta Densidade empregadas em redes de distribuição de derivados de petróleo,” PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2007.
- [13] FELDMAN, D.; BARBALATA, A., Synthetic polymers technology properties applications, London: Champman & Hall, 1996.

- [14] J. P. ANDREW, Handbook of Polyethylene: Structure, Properties and Applications, New York: Marcel Dekker.
- [15] BRASKEM, “Braskem estima que demanda por resinas cresça menos,” <http://exame.abril.com.br/negocios/>, 2012.
- [16] COUTINHO, F. M. B.; MELLO, I. L.; MARIA, L. C. S., “Polietileno: Principais Tipos e Aplicações,” Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 13, nº 1, p. 1-13, Instituto de Química UERJ - Rio de Janeiro , 2003.
- [17] M. RETO, “Revista Plástico Moderno,” p.22, 2000.
- [18] PEREIRA, R. A.; MANO, E. B.; DIAS, M. L.; ACORDI, E. B., “Polymer Bulletin,” 38, p. 707, 1997.
- [19] R. GUITIÁN, “Plástico Moderno,” p. 45, 1995.
- [20] MILES D. C. & BRISTON, J. H. , "Polymer Technology," Temple Press Book, London, 1965.
- [21] DOAK e K. W., “Ethylene Polymers,” *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, vol. 6, n. John Wiley & Sons, 1986.
- [22] CONARD, B. E.; LOHNES, R.A.; KLAIBER, E. W.; et al., “Boundary effects on response of polyethylene pipe under simulated live load,” *Transportation research record (1624)*, pp. 196-205, 1998.
- [23] A. S. ARGON, The Physics of Deformation and Fracture of Polymers, Cambridge: Cambridge University Press, 2013.
- [24] J. P. L. SANTOS, “Análise de Modelos Reológicos Viscoelásticos através de formulações mistas em Elementos Finitos,” UFRJ, Rio de Janeiro, 2008.
- [25] “[http://www.teachengineering.org/view\\_lesson.php?url=collection/cub\\_/lessons/cub\\_surg/cub\\_surg\\_lesson04.xml](http://www.teachengineering.org/view_lesson.php?url=collection/cub_/lessons/cub_surg/cub_surg_lesson04.xml),” [Online].
- [26] MOCZO, P.; KRISTEK, J.; FRANEK, P., Lecture notes on rheological models, Bratislava: DAPEM, FMPI CU, 2006.
- [27] J. CALLISTER, Materials Science and Engineering, New York: 7 ° ed. John Wiley & Sons, Inc., 2007.
- [28] D. ROYLANCE, Engineering Viscoelasticity. Overview of nonlinear viscoelastic theory., [www.web.mit.edu/course/3/3.11/www/modules/visco.pdf](http://www.web.mit.edu/course/3/3.11/www/modules/visco.pdf), 1989.

- [29] LAKES, R. S.; VANDERBY R., “Interrelation of creep and relaxation: a modeling approach for ligaments,” *J Biomech. Engineering*, vol. 121, n. University of Wisconsin, Madison; Department of Engineering Physics, pp. 612-615, 1999.
- [30] R. YOUNG, *Introduction to Polymers*, London - New York: Chapman and Hall. Second Edition.
- [31] E. STURABOTTI, “Low Temperature Liner Materials for Composite Pressure Vessels,” *Università degli Studi di Padova*, Padova, 2012.
- [32] VRAJES, N.; REK, V., “Effect of EPDM on Morphology, Mechanical Properties, Crystallization Behavior and Viscoelastic Properties of iPP+HDPE Blends,” *Macromolecular Symposium*, vol. 258, pp. 90-100, 2007.
- [33] T. R. STROHAECKER, *Mecânica da Fratura*, Porto Alegre: Laboratório de Metalurgia Física - UFRGS, 2009.
- [34] J. Barsom, “Fracture Mechanics Retrospective,” *American Society for Testing and Materials*, Philadelphia, 1987.
- [35] C. FORTES, *Mecânica da Fratura*, ESAB - Assistência Técnica Consumíveis, 2003.
- [36] FUCHS, H. O.; STEPHENS, R. I., *Metal Fatigue in Engineering*, New York: A. Wiley, 1980.
- [37] D. ROYLANCE, *Introduction to Fracture Mechanics*, Cambridge: Massachusetts Institute of Technology, 2001.
- [38] A. C. O. MIRANDA, “Propagação de Trincas por Fadiga em Geometrias 2D Complexas sob Cargas Cíclicas Variáveis,” *PUC-Rio*, Rio de Janeiro, 2003.
- [39] P. WOOD-ADAMS,  
 “<http://users.encs.concordia.ca/~woodadam/GCH6101/Viscoelasticity%20and%20mechanical%20properties.pdf>,” *Concordia University Research Chair - Department of Mechanical & Industrial Engineering*. [Online]. [Acesso em 2014].
- [40] J. SUAREZ, “[http://www.abmbrasil.com.br/cim/download/Palestra\\_Fratografia\\_de\\_Polimeros.pdf](http://www.abmbrasil.com.br/cim/download/Palestra_Fratografia_de_Polimeros.pdf),” 2012. [Online]. Acesso em 25/04/2014.
- [41] R. BROWN, *Handbook of Polymer Testing - Short-Term Mechanical Tests*, Shawbury: Rapra Technology, 2002.
- [42] ELLEUCH, R; TAKTAK, W., “Viscoelastic Behavior of HDPE Polymer using Tensile and Compressive Loading,” *Journal of Materials and Engineering Performance*, 2005.

- [43] ULMANU, V; DRAGHICI, G; ALUCHI, V, “Fatigue tests on high density polyethylene PE100 using cracked round bar specimens,” *Bulletin UPG, LXIII, Nr.1*, pp. 61-65, 2011.
- [44] “www.instron.com.br/wa/glossary,” 2014. [Online]. Acesso em 05/05/2014.
- [45] ARGON, A. S.; BARTEZAK, Z.; COHEN, R.E.; MURATOGLU, O.K., “Novel mechanism of toughening of plastics, advances in modeling and experiments,” vol. 42, n. 759, Washington D.C., ACS, p. 2347, 2000.
- [46] ANDREASSEN; NORD-VARHAUG; HINRICHSEN; PERSSON, “Impact fracture toughness of polyethylene materials for injection moulding,” em *PPS07EA*, Gothenburg, 2007.
- [47] PLATI, E.; WILLIAMS, J.C., “Effect of temperature toughness of polymers,” *Polymer Engineering Science*, vol. 16, n. 915-920, 1975.
- [48] “www.plasbox.com.br,” [Online]. Acesso em 25/05/2014.
- [49] P. E. V. MIRANDA, “Estruturas Poliméricas, Características, Aplicações e o Processamento dos Polímeros,” 2010.
- [50] “www.akersolutions.com,” [Online]. Acesso em 28/03/2013.
- [51] “www.infosolda.com.br/biblioteca-digital/livros-senai/ensaios-nao-destrutivos-e-mecanicos/209-ensaio-mecanico-tracao.html,” [Online]. Acesso em 25/05/2014.
- [52] “www.portuguese.alibaba.com,” [Online]. Acesso em 25/05/2014.
- [53] A. D. DOZDROV, “Finite elasticity and viscoelasticity: a course in the nonlinear,” Massachusettes, 1996.