

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

GUSTAVO HENRIQUE PELISSARI

**VERIFICAÇÃO DA SENSIBILIDADE DO MÉTODO DO TRABALHO
ESSENCIAL DE FRATURA (*EFW*) A TAXA DE DEFORMAÇÃO,
APLICADO AO POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA
2017

GUSTAVO HENRIQUE PELISSARI

**VERIFICAÇÃO DA SENSIBILIDADE DO MÉTODO DO TRABALHO
ESSENCIAL DE FRATURA (*EFW*) A TAXA DE DEFORMAÇÃO,
APLICADO AO POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais – DAEMA da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenheiro de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres

LONDRINA
2017



TERMO DE APROVAÇÃO

GUSTAVO HENRIQUE PELISSARI

VERIFICAÇÃO DO METODO DO TRABALHO ESSENCIAL DE FRATURA (*EFW*) A TAXA DE DEFORMAÇÃO, APLICADO AO POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 01 de dezembro de 2017 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. Dr. Francisco Rosário
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

Prof. Dr. Fabio Cezar Ferreira
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Química)

Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Coordenador do Curso de Engenharia de Materiais

“A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.”

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria agradecer a Deus por me iluminar nesses anos de graduação. As dificuldades que enfrentei nesta jornada foram guiadas por ele.

Não poderia deixar de registrar minha eterna gratidão a minha família; os meus pais, José Roberto Pelissari e Aparecida de Fátima Pelissari, pois sem o apoio emocional e financeiro deles, jamais seria possível esta conquista. Aos meus irmãos Débora Cristina Pelissari e Lucas José Pelissari, pois sempre me apoiaram incondicionalmente neste desafio longe de casa.

À mulher da minha vida, Talita Pereira Soares, gratidão eterna por estar comigo durante toda esta batalha, principalmente pela grande distancia que nos separou, mas de uma forma incrível estive tão perto que isto foi facilmente vencido. Junto com minha família, você foi a que mais acreditou nesta vitória, então ela é sua também.

Registro meu agradecimento ao meu orientador Prof. Dr. Fabiano Peres, pela sua dedicação, orientação e apoio incondicional não apenas no decorrer deste estudo e sim durante todo o período da minha graduação. Pelo conhecimento compartilhado e exemplo como profissional, no qual contribuirá de alguma forma na minha formação.

Agradeço a banca avaliadora, os professores Dr. Francisco Rosário e Dr. Fabio Ferreira pela disponibilidade em avaliar este estudo e também por participarem positivamente durante a minha graduação.

Não poderia deixar de agradecer aos amigos que fiz nesta longa jornada e que nos momentos de alegria e de dificuldade estiveram sempre presentes. Amigos de classe, amigos de república, amigos de vida.

Paro por aqui, pois a lista seria imensa, peço perdão às pessoas que não foram citadas. Isso não significa que são mais ou menos importantes. Todos que acreditaram em mim fazem parte desta conquista! Gratidão a todos.

RESUMO

PELLISSARI, G. H. **Verificação da sensibilidade do método do Trabalho Essencial de Fratura (EWF) a taxa de deformação, aplicado ao polietileno de alta densidade**. 2017. 53f. Trabalho de Conclusão de Curso 2 – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2017.

O Polietileno é um polímero termoplástico, parcialmente cristalino, viscoelástico e empregado nos mais diversos produtos e aplicações. O crescente emprego deste material em aplicações principalmente de responsabilidade estrutural, implica cada vez mais na caracterização de suas propriedades. Neste trabalho estudou-se a aplicação do método do EWF a um polietileno de alta densidade desenvolvido para o segmento de sopro, variando-se a velocidade do ensaio. Considerando-se a dispersão dos resultados não foi possível observar a sensibilidade do trabalho essencial de fratura (w_e) à taxa de deformação na faixa de velocidades adotadas. Os resultados obtidos do trabalho não essencial de fratura (β_{w_p}) sugere que este parâmetro diminui com a taxa de carregamento. Também foi aplicado o método Ramp Test ao material estudado, obtendo-se o valor de tensão característica igual a 9,78MPa, comparável com resultados anteriores publicados. Entretanto, não foi possível estabelecer uma correlação entre os resultados do *Ramp Test* e os resultados dos ensaios do *EWF*, provavelmente em virtude do estado plano de tensão desenvolvido na região da ponta da trinca.

Palavras-chave: Polietileno. Mecânica da Fratura. Ramp Test. Trabalho Essencial de Fratura (*EWF*).

ABSTRACT

PELLISSARI, G. H. **Sensitivity evaluating of the Essential Work of Fracture (EWF) method to the strain rate, applied to High Density Polyethylene**. 2017. 53f. Trabalho de Conclusão de Curso 2 – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2017.

Polyethylene is a semi crystalline viscoelastic and thermoplastic polymer widely used in a variety of products and applications. The increasing employment of this material in structural responsibility applications implies a deeply characterization of its properties. In this work, the application of the EWF method to a high density polyethylene developed for blow-molding processes is studied by varying the speed of the test. Considering the dispersion of the results, it was not possible to observe the sensitivity of the essential work of fracture (w_e) to the rate of deformation in the speed range adopted. The results obtained from the non-essential fracture work (βw_p) suggests that this parameter decreases with the loading rate. The Ramp Test was also applied to the studied material obtaining a stress characteristic value of 9,8 MPa, which is comparable to previous results. However, it was not possible to establish a correlation between the results of the Ramp test to those of the EWF test, probably due the plane stress state developed in the region of the tip of the crack.

Keywords: Polyethylene. Fracture mechanics. Ramp Test. Essential Work of Fracture.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características mecânicas à temperatura ambiente do PEAD.	16
Tabela 2 - Propriedades do PE GF4950.	30
Tabela 3 - Velocidades e quantidade de CP utilizados no método do <i>Ramp Test</i>	35
Tabela 4 - Comprimentos do ligamento (l) e quantidade de corpos de prova.	35
Tabela 5 - Relação de ensaios realizados para aplicação do método Ramp Test.	38
Tabela 6 - Média das tensões de Limite de Resistência a Tração (σ_{LRT}) e de Estiramento ($\sigma_{estiramento}$) para Velocidades iguais a 0,5mm/min, 1mm/min, 10mm/min e 100mm/min.	38
Tabela 7 - Resumo dos resultados indicando a velocidade de ensaio (mm/min) e seus respectivos parâmetros obtidos: W_e (kJ/m ²) \pm IC e βw_p (MJ/m ²) \pm IC.	47

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema da uma curva tensão-deformação em tração para o polietileno, indicando como são determinados o Limite de escoamento (σ_y) e Limite de Resistência à Tração (LRT).	17
Figura 2 - Esquema de uma curva tensão - deformação em tração para o polietileno, indicando os perfis do corpo de prova desde o estágio elástico, início e avanço do fenômeno da estricção durante o ensaio.	17
Figura 3 - Representação esquemática da propagação de um <i>craze</i> . A tensão principal atua na direção vertical e a propagação vai da esquerda para a direita.	19
Figura 4 - Crazeing no PE. Rede fibrilar do <i>craze</i> e transição para a fratura (a). Revelação dos vazios microscópicos propagando o processo ao redor da ponta do craze (b).	20
Figura 5 - (a) Modelo que descreve a transformação de um “pacote” de lamelas paralelas em feixes empacotados e alinhados. (b) alinhamento de blocos cristalinos em feixes.	21
Figura 6 - Representação de uma curva de regressão. $\text{Log } \sigma_x \text{ Log } t$	23
Figura 7 - Esquemática do Ramp Test.	24
Figura 8 - Esquema de dois tipos possíveis de corpos de prova para o EWF, com fratura dúctil e representação da zona de processo de fratura (FPZ) e a zona plástica.	26
Figura 9 - Representação esquemática da zona de processo de fratura (a) em polímero vítreo e (b) em polímero dúctil.	27
Figura 10 - Gráfico esquemático da relação entre W_f e l	29
Figura 11 - Esquema do método EWF: restrições geométricas à esquerda e curvas Força x Deslocamento à direita.	29
Figura 12 - (a) Prensa Hidráulica. (b) Chapa inferior e paredes laterais do molde utilizado (revestidos com papel alumínio). No centro, quantidade de material (<i>pellets</i> de PEAD) utilizado, momento antes da moldagem via compressão.	31
Figura 13 - (a) Extração dos CP's com o auxílio do estampo de aço padronizado. (b) CP's obtidos.	32
Figura 14 - (a) Marcação nas placas das dimensões dos CP's para o método EWF. (b) Introdução dos entalhes laterais.	33
Figura 15 - Imagem obtida através do estereoscópio da verificação do comprimento dos diferentes ligamentos (l), com o auxílio de um paquímetro.	34
Figura 16 - (a) Máquina Universal de Ensaio utilizada. (b) Detalhe aproximado do CP preso aos mordentes para execução do ensaio.	35
Figura 17 - (a) Início do ensaio com certa região (região inferior do CP) concentradora de tensão. (b) Estricção do CP na região concentradora de tensão. (c) Propagação da estricção.	36
Figura 18 - Gráfico comparativo de 4 ensaios com diferentes velocidades: 100mm/min, 10mm/min, 1mm/min e 0,5mm/min.	37
Figura 19 - Gráfico do Ramp Test obtido.	39
Figura 20 - Ensaio em andamento. CP com entalhe lateral para aplicação do método EWF. Nele, é possível observar desde o início do ensaio (a), propagação do entalhe lateral (b) e (c) e ruptura do CP (d).	40
Figura 21 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 0,5mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).	41
Figura 22 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 1mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).	41

Figura 23 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 10mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).	42
Figura 24 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 100mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).	42
Figura 25 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 0,5 mm/min.	44
Figura 26 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 1 mm/min.	44
Figura 27 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 10mm/min.	45
Figura 28 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 100mm/min.	45
Figura 29 - Trabalho essencial de fratura (w_e) em função da velocidade de ensaio.	46
Figura 30 - Parâmetro βw_p em função da velocidade de ensaio.	46
Figura 31 - Superposição das retas de regressão para as diferentes velocidades de ensaio.	48

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
1.1 JUSTIFICATIVA	12
1.2 OBJETIVOS	13
1.2.1 Objetivo Geral	13
1.2.2 Objetivos Específicos	13
2 REFERENCIAL TEÓRICO	14
2.1 POLIETILENO.....	14
2.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO.....	15
2.2.1 Tensão - Deformação.....	16
2.2.2 Características da Fratura	18
2.2.2.1 Microfibrilamento - <i>Crazing</i>	18
2.2.2.2 Escoamento por bandas de cisalhamento - <i>Shear Yielding</i>	20
2.2.3 Estimativa da Durabilidade.....	21
2.2.3.1 <i>Ramp Test</i>	23
2.2.3.2 Trabalho Essencial de Fratura - <i>EFW</i>	26
3 MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.1 MATERIAL.....	30
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	30
3.2.1 Preparação de placas moldadas por compressão	30
3.2.2 Corpos de prova para ensaios de tração.....	33
3.2.2 Corpos de prova para ensaios <i>EFW</i>	33
3.3 ENSAIOS MECÂNICOS.....	34
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
4.1 <i>RAMP TEST</i>	36
4.2 TRABALHO ESSENCIAL DE FRATURA – <i>EFW</i>	40
5 CONCLUSÃO	49
6 TRABALHOS FUTUROS	50
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	51
APENDICE A – DADOS DOS ENSAIOS DE EWF	54

1 INTRODUÇÃO

A palavra Polímeros origina-se do grego *poli* (muitos) e *mero* (unidades de repetição). Assim, um polímero é uma macromolécula composta por muitas (dezenas de milhares) de unidades de repetição denominadas meros, ligadas por ligação covalente. A matéria-prima para a produção de um polímero é o monômero, isto é, uma molécula com uma (mono) unidade de repetição. (CANEVAROLO, 2010)

Os polímeros sempre fizeram parte do cotidiano humano. Amido, celulose e seda, são polímeros naturais que desde os tempos mais remotos o Homem tem se beneficiado do uso destes materiais. A partir da primeira metade do século XX, quando surgiu o processo de polimerização, a síntese de polímeros deixou de ser apenas um fenômeno natural e foi possível um grande desenvolvimento de outra classe de polímeros, os sintéticos.

Dentre os inúmeros materiais poliméricos já sintetizados, destaca-se o Polietileno. O polietileno é um polímero termoplástico formado pelo processo de polimerização por adição dos monômeros de etileno (eteno). É hoje uma das commodities mais utilizadas entre todos os países. Em 2016, somente a indústria brasileira movimentou um total de R\$ 65,7 bilhões na produção de transformados plásticos, a partir de resinas termoplásticas, sendo o polietileno responsável por 40,4% deste valor¹.

O polietileno pode existir em cinco diferentes variações, que são: PEAD (polietileno de alta densidade), PEBD (polietileno de baixa densidade), PELBD (polietileno linear de baixa densidade), PEUBD (polietileno de ultra-baixa densidade) e PEUAPM (polietileno de ultra-alto peso molecular). (COUTINHO, MELLO, SANTA MARIA, 2003)

Dentre os cinco tipos diferentes de polietileno, o polietileno de alta densidade possui propriedades únicas. A linearidade das cadeias torna mais eficiente as forças de Van der Waals, favorecendo o “empacotamento” e a cristalinidade do material (acima de 90%). Desta forma, as propriedades mecânicas são em geral superiores a de um material ramificado, bem como a temperatura de fusão (T_m).

Devidos as suas excelentes propriedades, o PEAD é cada vez mais empregado, principalmente em situações de responsabilidade estrutural. Isto implica na crescente necessidade de sua caracterização mecânico-estrutural.

¹ ABIPLAST. Perfil 2016 - Indústria Brasileira de Transformação de Material Plástico. Disponível em: http://file.abiplast.org.br/file/download/2017/Perfil_2016_Abiplast_web.pdf

Por meio da realização de ensaios mecânicos podem-se obter dados quantitativos que possibilitam os estudos das propriedades mecânicas do material, como resistência mecânica e propriedades de fratura, que são utilizados na avaliação do desempenho em serviço e da durabilidade do material.

Em algumas aplicações, como nos chamados tubos de pressão, empregados em sistemas de distribuição de água e gás, a durabilidade desejada do material é longa, superior a 50 anos. De forma a avaliar o desempenho do material, tradicionalmente são realizados testes de resistência à pressão hidrostática de longa duração (*long term hydrostatic strength – LTHS*). Estes testes são muito demorados (cerca de um ano), de forma que são pouco práticos para controle de qualidade e desenvolvimento de produtos.

Alternativamente, tem-se buscado o desenvolvimento de técnicas mais práticas, baseados em ensaios mais simples, como o teste de tração ou testes baseados em princípios da Mecânica da Fratura.

Uma proposta recente é o método do *Ramp Test*, que consiste na avaliação do limite de escoamento (σ_y) e da tensão de estiramento (σ_{dr}) de corpos de prova padronizados de polietileno, submetidos a ensaios de tração, como uma função da taxa de deformação.

O polietileno exibe comportamento elastoplástico e grande ductilidade à temperatura ambiente, de modo que as hipóteses da Mecânica da Fratura Elástica Linear (SCHÖN, 2013) são violadas. Nestes casos, parâmetros da Mecânica da Fratura Elastoplástica devem ser empregados, sendo que o método do Trabalho Essencial de Fratura (*EFW*) já se demonstrou aplicável ao estudo do polietileno.

Como qualquer material polimérico, que normalmente apresenta comportamento viscoelástico, as propriedades mecânicas do polietileno são dependentes da taxa de deformação. Este efeito é a essência do método do *Ramp Test*. Neste trabalho pretende-se estudar o efeito da taxa de deformação sobre os parâmetros do método do Trabalho Essencial de Fratura (*EFW*) e compará-los com os resultados do *Ramp Test*.

1.1 JUSTIFICATIVA

Os materiais poliméricos, em especial o polietileno, ocupam cada vez mais aplicações na engenharia, principalmente com comprometimento mecânico-estrutural, onde durabilidade e resistência são atributos imprescindíveis. Isto implica na crescente necessidade de caracterização mecânica destes materiais, através de ensaios de fratura e métodos mais

modernos de análise de falha do material. No presente trabalho, foram abordadas as metodologias do Trabalho Essencial de Fratura e do *Ramp Test* aplicados ao polietileno de alta densidade.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

Avaliar a sensibilidade da taxa de deformação sobre os parâmetros do método *EFW* e compará-los com os resultados do *Ramp Test*.

1.2.2 Objetivos específicos

- Submeter o material a diferentes taxas de carregamento e obter as tensões do limite de escoamento (σ_y) e tensão de estiramento (σ_{dr}) para o *Ramp Test*;
- Condicionar o material a diferentes taxas de carregamento e obter os diferentes parâmetros do método *EFW*;
- Comparar os diferentes parâmetros do método *EFW* com o resultado *Ramp Test*;

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 POLIETILENO

Por volta dos anos 30 o Polietileno (PE) foi sintetizado com sucesso, e desde então, vem se tornando um dos polímeros termoplásticos mais utilizados em todo o mundo. Atende hoje às mais diversas aplicações, sendo processado de diversas maneiras. Baldes, bacias, brinquedos, potes para alimentos, entre outros, são fabricados pelo processo de injeção, enquanto que pelo processo de sopro destaca-se a produção de bombonas, tanques, tambores, etc. Através do processo de extrusão, este material permite a produção de isolamentos de fios telefônicos, sacos para congelados, sacos para lixo e supermercado, tubos para redes de saneamento e de distribuição de gás, entre outros.

O PE é obtido através do processo de polimerização por adição (em cadeia) do etileno, que é um gás à temperatura e pressão ambiente. No processo, ocorre a quebra das ligações duplas carbono-carbono do etileno (na presença de um iniciador) formando-se radicais livres, muito reativos; os radicais livres se combinam em uma reação em cadeia, formando longas estruturas (macromoléculas).

Os diferentes tipos de PE são classificados como polietilenos ramificados e polietilenos lineares e dependendo das condições reacionais e do sistema catalítico empregado na polimerização, cinco tipos diferentes de polietileno podem ser obtidos;

- Polietileno de baixa densidade (PEBD ou LDPE)
- Polietileno de alta densidade (PEAD ou HDPE)
- Polietileno linear de baixa densidade (PELBD ou LLDPE)
- Polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM ou UHMWPE)
- Polietileno de ultra baixa densidade (PEUBD ou ULDPE)

Sob condições que favoreçam a organização e o "empacotamento" das cadeias, os polímeros com certa quantidade de uma fase cristalina e outra amorfa podem ser formados. Segundo (COUTINHO, MELLO, SANTA MARIA, 2003), o PE é um polímero termoplástico, parcialmente cristalino e flexível, sendo a quantidade relativa das fases amorfa e cristalina que influenciam em suas propriedades. As menores unidades cristalinas, lamelas, são planares e consistem de cadeias perpendiculares ao plano da cadeia principal e dobrados

em *zig-zag* para cada 5 a 15nm. São inertes face à maioria dos produtos químicos comuns, devido à sua natureza parafínica, seu alto peso molecular e sua estrutura parcialmente cristalina.

A estrutura de cada polímero também influencia diretamente sobre a sua densidade e suas propriedades mecânicas. Segundo (CANEVAROLO, 2010), a densidade dos polietilenos pode ser considerada proporcional ao grau de cristalinidade. O módulo elástico, a resistência ao escoamento e a dureza aumentam à medida que o grau de cristalinidade do polietileno aumenta. O módulo aumenta mais de 200% e a resistência à tração quase dobra seu valor à medida que a densidade aumenta de 0,91 para cerca de 0,96 g/cm³.

As ramificações longas presente no PEBD, por exemplo, aumentam a resistência ao impacto, diminuem a densidade e facilitam o processamento, enquanto que as ramificações curtas, presentes no PELBD, aumentam a cristalinidade e a resistência à tração em relação ao polietileno de baixa densidade. (COUTINHO, MELLO, SANTA MARIA, 2003)

O polietileno de alta densidade (PEAD), objeto de estudo deste projeto, enquadra-se na classificação de polietilenos lineares. Tipicamente, o PEAD apresenta cristalinidade acima de 90% e densidade entre 0,95 a 0,97g/cm³, valores elevados, uma vez que sua estrutura é linear, com poucas ramificações. Sua temperatura de fusão cristalina – T_m (durante o aquecimento, regiões cristalinas desaparecem, devido à fusão dos cristalitos) é de 132°C enquanto que sua temperatura de transição vítrea – T_g (cadeias poliméricas da fase amorfa adquirem mobilidade acima desta temperatura, possibilitando assim, mudanças em sua conformação), é de -90°C.

O crescente emprego do polietileno em aplicações principalmente de responsabilidade estrutural, como tubos para rede de distribuição de água e gás, tanques e filtros de combustível, tanques para armazenamento de água, próteses no joelho e quadril, por exemplo, implica cada vez mais na caracterização de suas propriedades.

2.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO

O modo como o polietileno (e os materiais em geral) responde às solicitações mecânicas aplicadas, caracteriza suas propriedades mecânicas. A necessidade de obter características específicas do material é que irá ditar qual dentre os diversos tipos de ensaios mecânicos será realizado: estáticos, dinâmicos, destrutivos, não destrutivos, etc. Grande parte dos ensaios podem ser registrados por meio de curvas tensão - deformação.

2.2.1 Tensão - Deformação

Um simples ensaio tensão – deformação no polietileno é realizado para caracterizar alguns parâmetros mecânicos importantes, como módulo de elasticidade, limite de escoamento e limite de resistência a tração, além de obter o alongamento correspondente na ruptura. Estes parâmetros são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Características mecânicas à temperatura ambiente do PEAD.

Material	Módulo em Tração (GPa)	Limite de Resistência a Tração (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento na Ruptura (%)
PEAD	1,06 ~1,09	22,1 ~ 31,0	26,2 ~ 33,1	85,0

Fonte: Callister (2013).

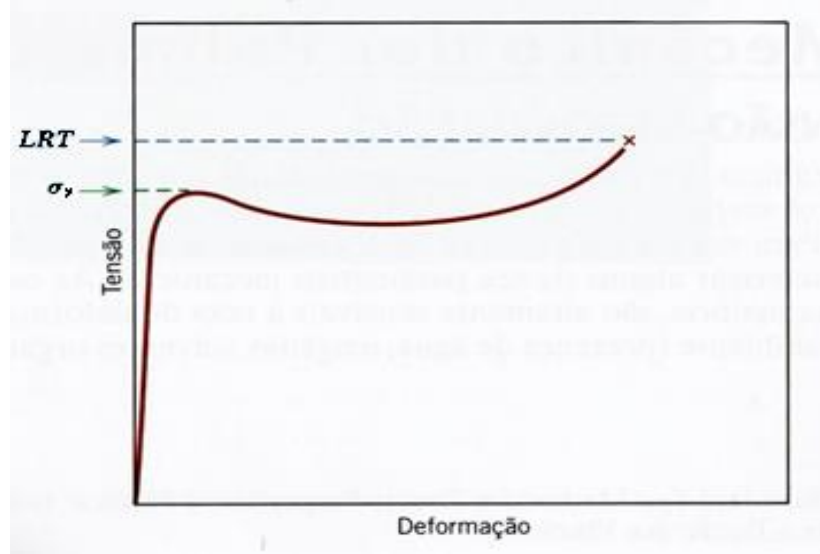
As características mecânicas dos polímeros, em sua maioria, são altamente sensíveis à natureza química do ambiente (presença de água, solventes orgânicos etc.), a temperatura e a taxa de deformação (CALLISTER, 2013).

O comportamento tensão – deformação para um polímero parcialmente cristalino, em especial o PEAD, à temperatura ambiente, é representado pela Figura 1.

No início do ensaio, a tensão necessária para deformar o material aumenta linearmente. Esta porção do gráfico representa a região elástica linear, e o limite de escoamento - σ_y (*yield point*) é tomado como o valor máximo, que ocorre imediatamente após o término dessa região, como observado na Figura 1. A partir desse ponto, o material começa a se deformar plasticamente, ou seja, ocorrem deformações permanentes que resultam de deslocamentos relativos em sua estrutura molecular, os quais são irreversíveis quando cessada a solicitação. O material passa a sofrer o fenômeno da estrição (formação do pescoço), momento em que a área da secção transversal é reduzida (Figura 2).

À medida que a estrição se estabelece, ocorre a orientação molecular e dos blocos de estruturas cristalinas remanescentes, resultando em um aumento localizado da resistência (endurecimento por deformação) permitindo que a estrição se estabilize. Há nesse ponto, portanto, uma resistência à continuidade da deformação, e o alongamento prossegue pela propagação da estrição ao longo do comprimento útil do corpo de prova, sendo esse processo conhecido por estiramento a frio – σ_{dr} , (*cold drawing*), como observado na Figura 2.

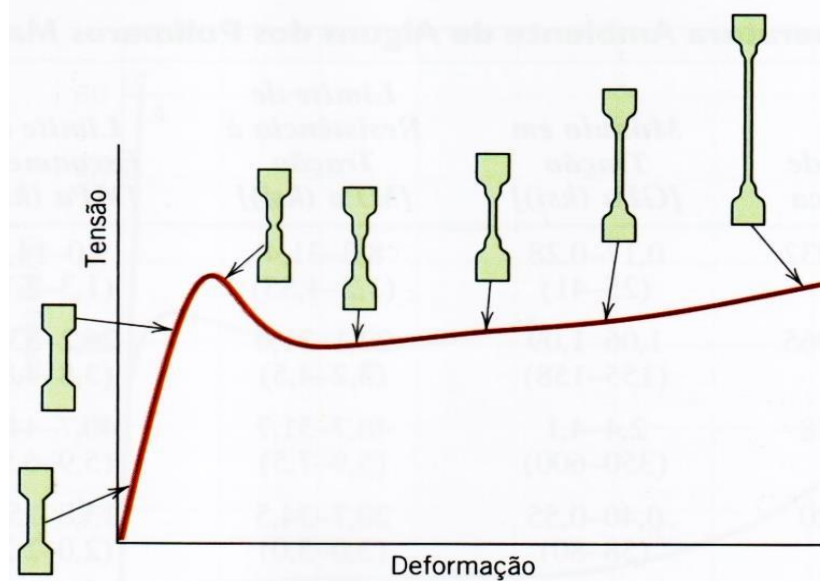
Figura 1 - Esquema de uma curva tensão-deformação em tração para o polietileno, indicando como são determinados o Limite de Escoamento (σ_y) e Limite de Resistência à Tração (LRT).



Fonte: Adaptado de Callister (2013).

A ruptura ocorrerá nessa região em que a estricção se estabeleceu e se estendeu, com uma determinada tensão. Essa tensão de ruptura é conhecida como Limite de Resistência à Tração (LRT), como indicado anteriormente na Figura 1.

Figura 2 - Esquema de uma curva tensão - deformação em tração para o polietileno, indicando os perfis do corpo de prova desde o estágio elástico, início e avanço do fenômeno da estricção durante o ensaio.



Fonte: Callister (2013).

2.2.2 Características da Fratura

Segundo Callister (2013), os polímeros termoplásticos podem apresentar tanto o modo de fratura dúctil quanto o modo de fratura frágil. A redução na temperatura, um aumento na taxa de deformação ou a presença de um entalhe afiado, por exemplo, são fatores que favorecem a fratura frágil.

A nível microscópico, a deformação de polímeros termoplásticos, como o PEAD, depende da facilidade das cadeias poliméricas se conformarem e girarem em torno das ligações moleculares, e de se movimentarem e se alinharem entre si, de forma que a resposta mecânica desses materiais dependente da resistência das ligações primárias covalentes, mas principalmente das ligações secundárias tipo forças de van der Waals (PERES, 2005).

Em uma escala maior, dois mecanismos concorrentes de deformação plástica não homogênea podem ocorrer no PEAD, ou seja, dois mecanismos competitivos que controlam diferentes modos de falha: escoamento por cisalhamento (*shear yielding*) e microfibrilamento (*crazing*). No comportamento dúctil do polímero, em níveis de tensão mais elevados, o modo de deformação dominante é o escoamento por cisalhamento enquanto que o comportamento frágil, em níveis menores e moderados de tensão, está associado com a formação de *crazes* (PERES, 2005).

Do ponto de vista da dissipação de energia e de tenacidade, *shear yielding* é muito mais efetivo que *crazing*, pois todo o volume do material deformado plasticamente participa na dissipação de energia (DEBLIECK, 2011).

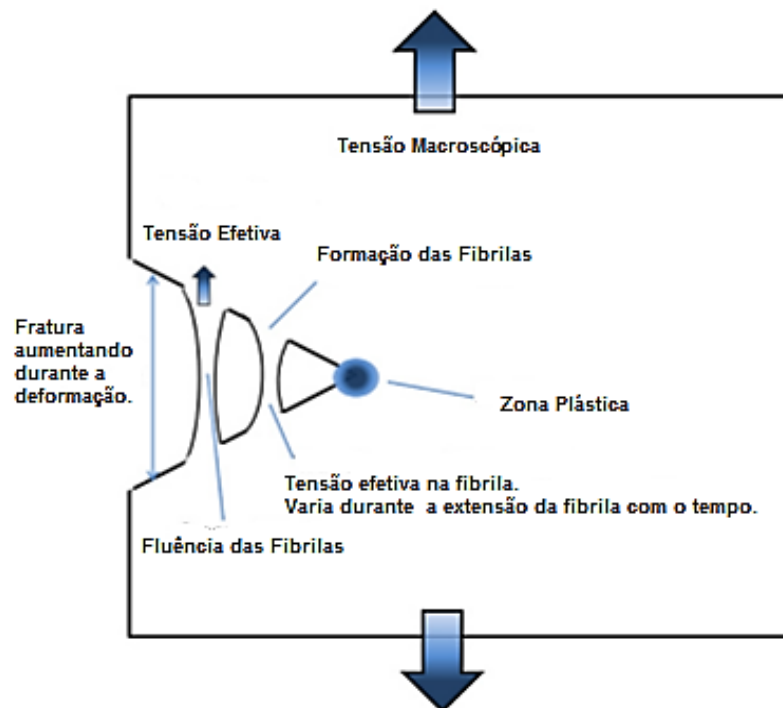
2.2.2.1 Microfibrilamento - *Crazing*

Um mecanismo de deformação é a formação de *crazes* (microfibrilamento), que é um processo conjunto de escoamento localizado e de início de fratura. É um fenômeno que envolve etapas importantes; inicialmente é criado, propaga-se e leva a fratura do material.

Crazes são iniciados quando uma força externa gera um vazio microscópico devido a uma concentração de tensão gerada por um entalhe pré-criado, uma heterogeneidade na rede molecular ou a presença de uma partícula estranha. A probabilidade de tais espaços vazios microscópicos ocorrerem é dependente das condições de tensão localizada. No mecanismo de nucleação de crazes, é mais provável de gerar vazios no estado plano de deformação do que no estado plano de tensão (DEBLIECK, 2011).

Os vazios microscópicos gerados darão origem a pequenos buracos que se formam e se propagam em um plano perpendicular à tensão aplicada, produzindo uma trinca inicial. No entanto, ao contrário de os buracos coalescerem para formar uma trinca verdadeira, eles são estabilizados por fibrilas de material polimérico orientado, evitando seu aumento (CANEVAROLO, 2010). O mecanismo é representado esquematicamente na Figura 3.

Figura 3 - Representação esquemática da propagação de um *craze*. A tensão principal atua na direção vertical e a propagação vai da esquerda para a direita.

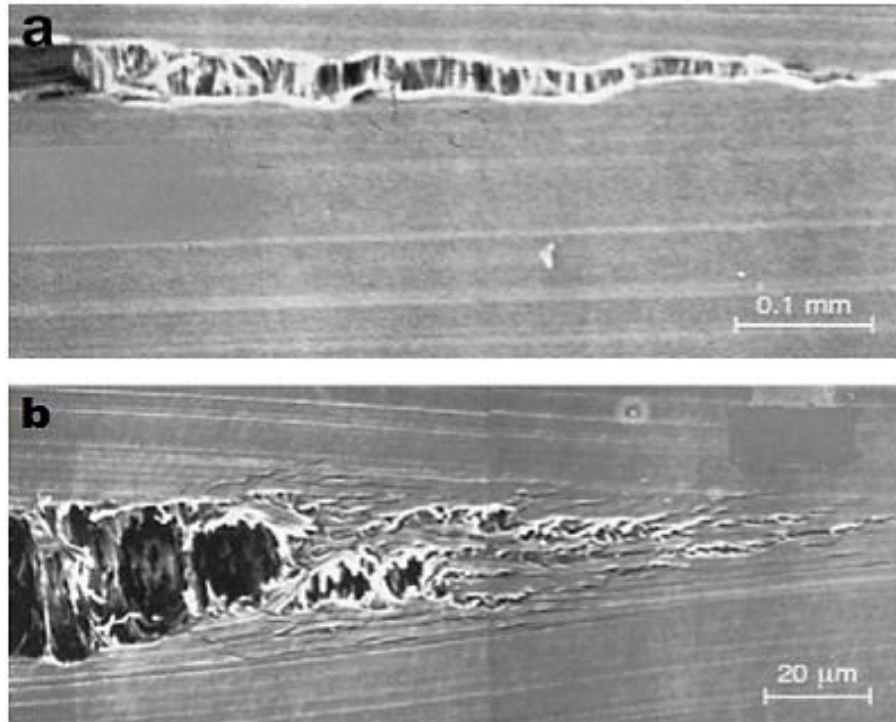


Fonte: Deblieck (2011).

A diferença entre trinca e fibrilação, segundo Callister (2013) é que as fibrilas podem suportar uma carga através de sua extensão, diferentemente de uma trinca. Dessa forma, observa-se um aumento efetivo da tenacidade à fratura do polímero no crescimento da fibrilação devido a esse processo de absorver energia de fratura.

Entretanto, apesar de não formar (imediatamente) trincas verdadeiras, *crazing* pode levar à fragilização do polímero através da ruptura sucessiva das microfibrilas e do avanço da ponta do *craze* sobre a matriz do material, formando trincas cujo crescimento levará à fratura final (PERES, 2005). A Figura 4 ilustra esse processo no PE.

Figura 4 – Crazing no PE. Rede fibrilar do craze e transição para a fratura (a). Revelação dos vazios microscópicos propagando o processo ao redor da ponta do craze (b).



Fonte: Deblieck (2011).

2.2.2.2 Escoamento por bandas de cisalhamento - *Shear Yielding*

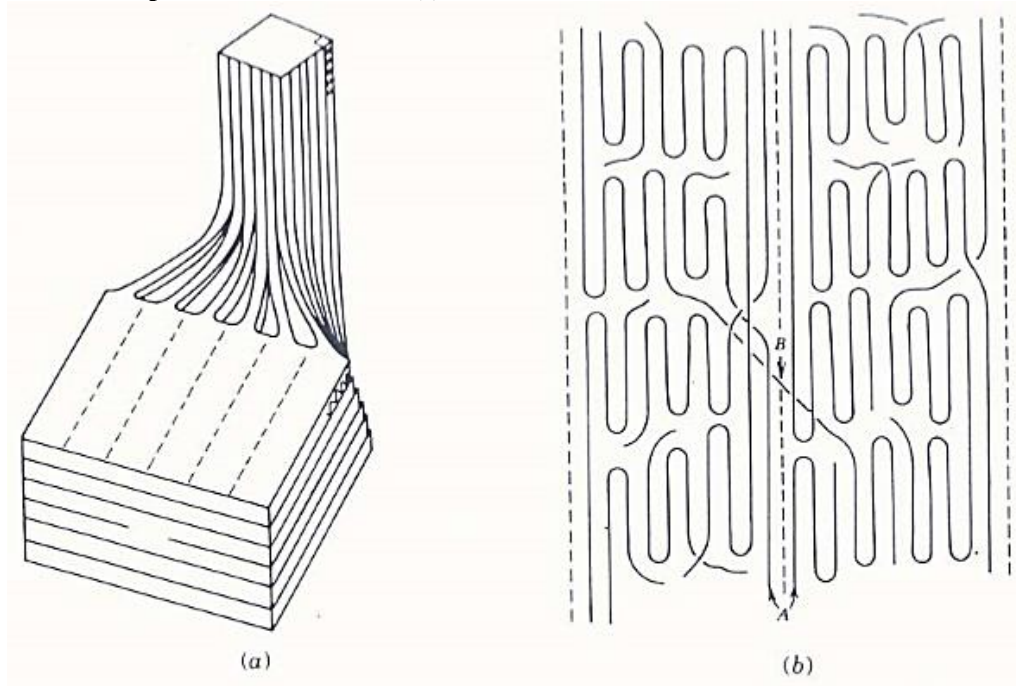
Escoamento por bandas de cisalhamento (shear yielding) é um mecanismo de deformação plástica, portanto permanente, em que inicialmente ocorre a quebra da estrutura das regiões cristalinas com a subsequente reorientação das cadeias poliméricas, de forma contínua e sem alteração significativa no volume. Este fenômeno de ruptura da estrutura dos esferulitos seguido da orientação molecular e das estruturas cristalinas é responsável, por exemplo, pelo endurecimento por deformação do PEAD quando submetido a ensaio de tração.

Segundo Canevarollo (2010), as mudanças nas deslocções dos planos de escoamento específicos são responsáveis pelo escoamento das bandas. As bandas de cisalhamento são iniciadas em regiões onde há pequenas heterogeneidades de deformação, devido a imperfeições internas ou da superfície, ou à concentração de tensão.

Sob tensão os esferulitos começam a ser destruídos, após um estágio inicial de deformação plástica. “Pacotes” de lamelas cristalinas cuja orientação é mais desfavorável em relação ao eixo da tensão são separados através da fase amorfa na região de contorno entre os cristais, enquanto outros podem girar na direção do eixo da tensão. Os cristais apresentam-se

então quebrados em pequenos blocos, mas as cadeias poliméricas nas estruturas cristalinas remanescentes mantém ainda sua conformação dobrada. Segue-se um processo de orientação desses blocos na orientação do escoamento, formando feixes alinhados, juntamente com uma grande quantidade de moléculas de ligação estendidas. Essas moléculas de ligação são formadas pelo desdobramento de cadeias poliméricas a partir das lamelas originais, durante a separação dos blocos cristalinos, porém permanecendo ligadas aos blocos separados e mantendo-os unidos durante o processo de escoamento e orientação. Como efeito combinado da várias moléculas de ligação e da orientação dos feixes induzida pela tensão surge um rápido aumento na resistência e na rigidez. As fortes ligações primárias covalentes intramoleculares passam a dominar a resposta mecânica do material (PERES, 2005). A representação esquemática desse processo é apresentada na Figura 5.

Figura 5 - (a) Modelo que descreve a transformação de um “pacote” de lamelas paralelas em feixes empacotados e alinhados. (b) alinhamento de blocos cristalinos em feixes.



Fonte: Peres (2005).

2.2.3 Estimativa da Durabilidade

O polietileno é amplamente aplicado em diversas situações sob tensão constante, como embalagens, tubos e mais recentemente, em tampas para bebidas carbonatadas². Como a

² Disponível em: < <http://www.braskem.com.br/detalhe-noticia/Braskem-anuncia-tampa-de-polietileno-para-bebidas-carbonatadas>. Acesso em setembro, 2016 >.

temperatura ambiente é uma temperatura homóloga³ elevada para o material, é suscetível que ocorra o fenômeno de fluência, podendo levar a fratura desse material.

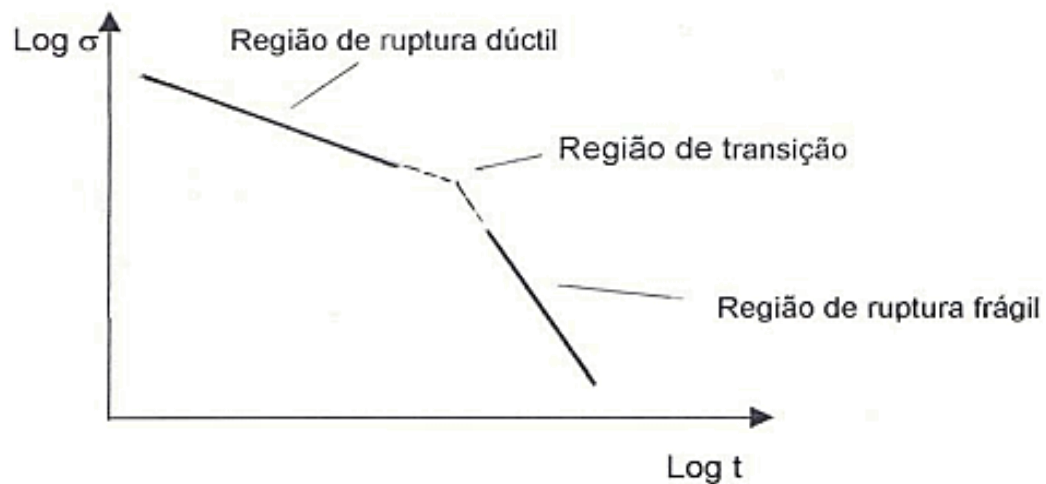
Por volta dos anos 50, se difundiu como material para tubulações na América do Norte por apresentar melhores propriedades em relação aos materiais então empregados (tubos de ferro fundido, aço e concreto), como flexibilidade, resistência à corrosão e fadiga, baixa densidade, maior facilidade no manuseio e instalação e custo relativamente baixo.

A resistência à falha em serviço para tubulação é estimada comumente pelo ensaio de resistência a pressão hidrostática de longa duração (*long-term hydrostatic strenght* - os tubos são submetidos a diferentes temperaturas e pressões hidrostáticas internas, durante longos períodos de tempo), resultando nas “curvas de regressão”, que são gráficos na forma de logaritmo da tensão circunferencial x logaritmo do tempo de falha, cuja proposta é permitir, por extrapolação, estimar a vida útil de tubos fabricados com o material, dada certa tensão de trabalho (PERES; SCHÖN, 2007). Um esquema da curva de regressão é apresentado na Figura 6.

À medida que a tensão é reduzida, observa-se que o tempo de ruptura aumenta. No primeiro estágio, as rupturas são caracterizadas do tipo dúctil, apresentando um declínio gradual da tensão ao longo do tempo. Uma inflexão é observada em certa região (região de transição), caracterizando uma mudança na característica de ruptura observada, ou seja, uma transição dúctil-frágil, sob o ponto de vista da falha macroscópica. Segundo (PERES, 2005), a transição no modo de falha indica uma redução da resistência de longa duração do material, na medida em que a inclinação da curva de regressão se acentua na região frágil. A partir deste ponto, nota-se um declínio mais acentuado da tensão ao longo do tempo, caracterizando então, uma região de ruptura do tipo frágil.

³ Temperatura homóloga é um conceito normalmente relacionado com fluência em materiais cristalinos e corresponde a uma escala (adimensional) de temperatura reduzida, que permite a comparação entre diferentes materiais. Ela é definida como a razão entre a temperatura de trabalho (K) e a temperatura de fusão do material (K). (PERES, TARPANI, SCHON, 2013)

Figura 6 - Representação de uma curva de regressão. $\text{Log } \sigma \times \text{Log } t$.



Fonte: Peres (2005).

Peres e Schön (2007) destacam algumas críticas a curva de regressão, devido a uma série de fatores, tais como: os fatores extrínsecos influenciam, como danos introduzidos durante a instalação ou utilização, diferentemente das condições dos ensaios controladas em laboratório assim como a extrapolação para temperaturas mais altas que em uso deve ser questionada, uma vez que polímeros no geral são sensivelmente dependentes da temperatura. Os ensaios são de longa duração, o que eleva muito o custo e torna-se uma ferramenta muitas vezes impraticável para efeitos de controle de qualidade, tornando o estudo a partir das curvas de regressão inviável.

Busca-se, portanto, procedimentos alternativos e ensaios mais práticos para a estimativa da durabilidade do polietileno, sendo o *Ramp Test*, originalmente proposto por Zhou et al. (2001), onde estudaram a estrição do PEAD em função da taxa de deformação em ensaios de tração, uma proposta interessante para esse material.

2.2.3.1 Ramp Test

O método *Ramp Test* consiste na avaliação do limite de escoamento (σ_y) e da tensão de estiramento (σ_{dr}) de corpos de prova padronizados de polietileno, submetidos a ensaios de tração, como uma função da taxa de deformação.

De acordo com a teoria de Eyring a relação entre a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) e a tensão aplicada (σ) na região de alta tensão onde ocorre o escoamento é dada pela Equação (1) (WARD, 1971):

$$\dot{\varepsilon} = A \exp \frac{(\Delta U - \sigma v)}{kT} \quad (1)$$

onde A é uma constante, v é o volume de ativação, k é a constante de Boltzmann, T é a temperatura absoluta e ΔU é energia de ativação para o processo de fluxo.

Segundo Halary e colaboradores (2011), outra forma de expressar a teoria de Eyring é dada pela Equação (2).

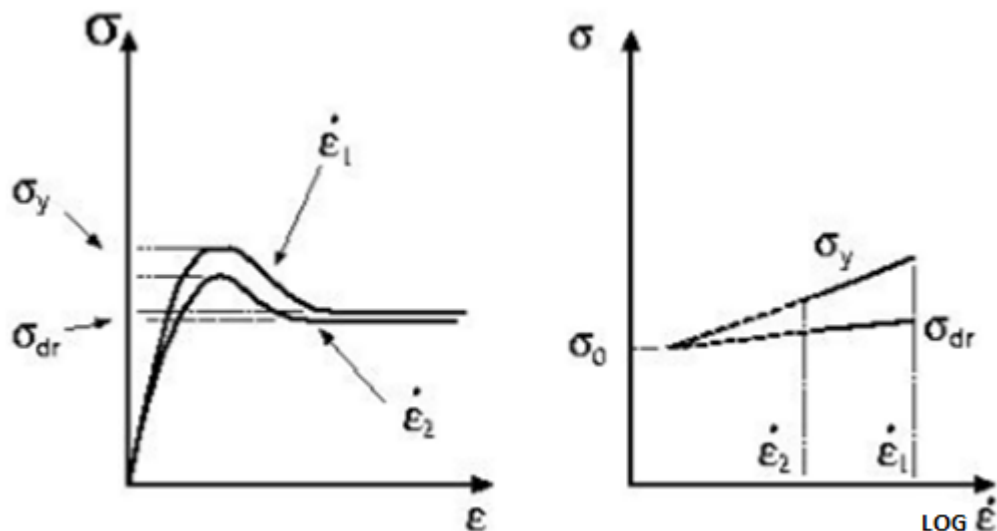
$$\frac{\sigma}{T} = \frac{\Delta U}{vT} + \frac{2,3k}{v} \log \frac{\dot{\varepsilon}}{C} \quad (2)$$

onde C é uma constante.

Conforme a Equação (2) a teoria de Eyring prevê que um gráfico de σ_y/T em função de $\log \dot{\varepsilon}$ para diferentes temperaturas é uma série de linhas retas paralelas.

Como o polietileno é um sólido viscoelástico à temperatura ambiente ($\pm 23^\circ\text{C}$), σ_y e σ_{dr} são dependentes do tempo, e especificamente da taxa de deformação do ensaio de tração, $\dot{\varepsilon}$. Com taxas de deformação maiores obtêm-se maiores valores de σ_y e σ_{dr} , enquanto que com taxas de deformação menores obtêm-se menores valores, como observado na Figura 7. Entretanto, observou-se que σ_{dr} é menos dependente da taxa de deformação, e que a diferença entre σ_y e σ_{dr} é reduzida à medida que se reduz a taxa de deformação (PERES, 2005).

Figura 7 - Esquemática do Ramp Test.



Fonte: Peres (2005).

Construindo-se uma curva tensão (σ) x $\log \epsilon$ verificou-se que as curvas σ_y x $\log \epsilon$ e σ_{dr} x $\log \epsilon$ possuem comportamento linear mas com inclinações diferentes, como observado na Figura 7. Por extrapolação pode-se identificar a tensão na qual σ_y e σ_{dr} coincidem. A essa tensão comum denomina-se tensão característica, designada por σ_0 (PERES, 2005). Considerando-se que σ_y está relacionada com a falha dúctil (pois ela é tomada no momento em que a máxima deformação elástica é atingida), e que a falha frágil está relacionada com a formação de *crazes* em níveis de tensão iguais ou menores que σ_{dr} , Zhou et al (2001) propuseram que $\sigma_y = \sigma_{dr} = \sigma_0$ corresponde ao nível de tensão em torno do qual ocorre a transição dúctil – frágil do mecanismo de fratura, sendo predominante o mecanismo de falha dúctil acima de σ_0 e predominante o mecanismo de falha frágil abaixo de σ_0 (PERES, 2005).

Dessa forma, o *Ramp Test* oferece uma alternativa para estimar o ponto de inflexão na curva de regressão do polietileno (na forma de tubos) e assim, pode representar uma medida mais prática e conservadora da durabilidade dos tubos. Como o comportamento da curva de regressão (em escala bi logarítmica, com o tempo em abcissa e a tensão em ordenada) é linear, propõe-se a realização de testes de resistência à pressão hidrostática em períodos de tempo significativamente menores que os tradicionais, cuja duração é de cerca de 1 ano, e extrapolar os dados até a tensão crítica obtida a partir de ensaios de tração, determinando-se o tempo estimado para a ocorrência da transição dúctil-frágil em relação à durabilidade estimada do tubo.

Entretanto, a filosofia da proposta do *Ramp Test* ainda é baseada em critérios de tempo de falha (*safe to fail design*). A limitação deste tipo de abordagem é que se sabe que há um processo de degradação mecânica em andamento e um dano crescente, mas este dano é desconhecido e leva-se em conta apenas a falha final.

Alternativamente, abordagens baseadas em filosofias como *damage tolerance* (NEWMAN JR, 1998) se assume que o componente possui um defeito, como uma trinca, estudando-se as condições críticas que favorecem a sua evolução. A Mecânica da Fratura é justamente a disciplina que trata do comportamento mecânico dos materiais na presença de trincas, sendo que parâmetros como fator de intensidade de tensão – K (DOWLING, 2003) têm-se tornado úteis na determinação em estudos de durabilidade.

O polietileno é um material muito dúctil à temperatura ambiente, de forma que as hipóteses da mecânica da fratura elástica linear são violados. Assim, parâmetros da mecânica da fratura elastoplástica como os conceitos de Integral J (MEYERS; CHAWLA, 2009) e do trabalho essencial de fratura (*ESWF*) (WILLIAMS, 2001) (WILLIAMNS; RINK, 2007) tornam-se atraentes. Particularmente, já se demonstrou que o método do trabalho essencial de

fratura funciona muito bem para o tipo de polietileno empregado na fabricação de tubos para sistemas de distribuição de água e gás (PERES, 2005; PERES, 2007). Particularmente, o método do trabalho essencial de fratura se aplica muito bem situações de estado plano de tensões, enquanto que normalmente em tubos sob pressão hidrostática interna normalmente se assume que a parede do tubo está justamente sob este estado de tensão.

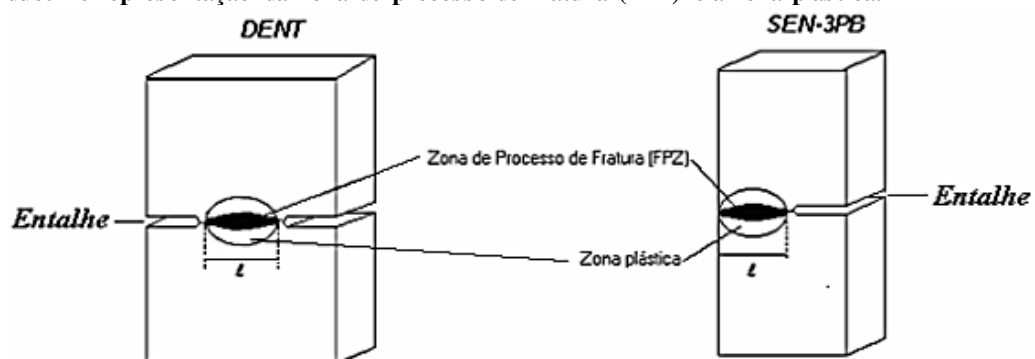
Dessa forma, propõe-se neste trabalho investigar o efeito da velocidade de carregamento sobre os parâmetros do método *EWF* e compará-los com os resultados do *Ramp Test*.

2.2.3.2 Trabalho Essencial de Fratura - *EWF*

O Trabalho Essencial de Fratura, originalmente proposto por Broberg (1968), propõe que quando um sólido dúctil fraturado está sendo solicitado, como esquematizado na Figura 8, o processo de fratura e a deformação plástica ocorrem em duas regiões distintas, denominadas, zona de processo de fratura (FPZ) e zona plástica externa à FPZ (YAMAKAWA, 2005).

Uma parte é específica para a fratura do material e, portanto, assume-se que seja um parâmetro (ou propriedade) do material. O restante total da fratura está relacionada com a deformação plástica generalizada, governada pelo comprimento do corpo não fraturado (ligamento) e depende da geometria do corpo de prova (PERES, 2005).

Figura 8 - Esquema de dois tipos possíveis de corpos de prova para o EWF, com fratura dúctil e representação da zona de processo de fratura (FPZ) e a zona plástica.



Fonte: Yamakawa (2005).

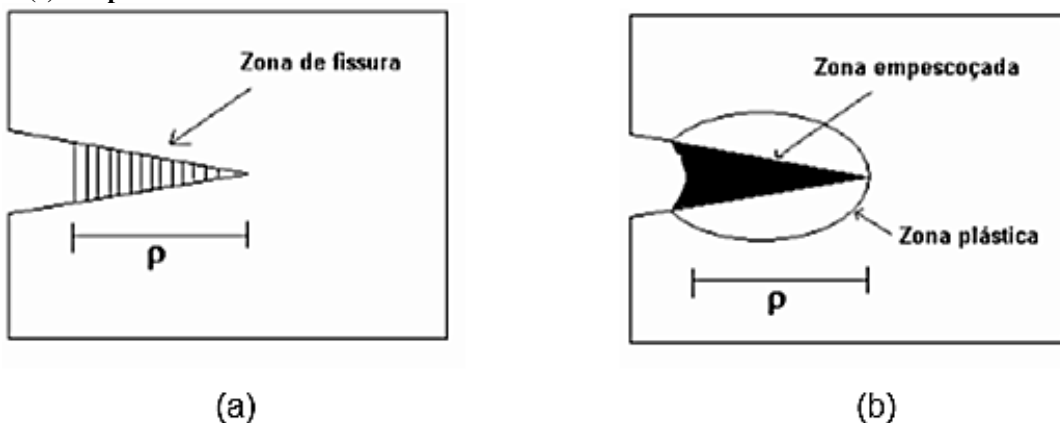
O método do trabalho essencial de fratura é atraente porque oferece uma forma interessante e prática de se separar a energia despendida na zona de processo do trabalho gasto na zona plástica difusa. A técnica é fácil de ser aplicada e dispensa observações difíceis como a detecção do início de propagação e a medição do avanço da trinca (PERES, 2005).

Durante a propagação da trinca, o trabalho de fratura dissipado na zona plástica não é diretamente associado com o processo de fratura. Somente aquele trabalho absorvido dentro da zona de processo de fratura é uma constante do material. Portanto, o trabalho de fratura total, W_f , deve ser separado em duas partes, isto é, trabalho essencial de fratura (w_e) e trabalho não essencial de fratura (w_p). O trabalho essencial de fratura está relacionado com a energia dissipada na zona de processo de fratura, enquanto que o trabalho não essencial de fratura está relacionado com a energia dissipada na zona plástica (YAMAKAWA, 2005). O trabalho de fratura total é, portanto, dado pela Equação (3).

$$W_f = w_e + w_p \quad (3)$$

Fisicamente, w_e é o trabalho necessário para criar duas novas superfícies e é consumido no processo de fratura envolvido. Em fratura frágil de polímeros amorfos, w_e é usado para estirar e, em seguida, quebrar as fibrilas da fissura na zona de fissura na extremidade da trinca. Em fratura dúctil de polímeros, w_e é consumido para formar, e subsequentemente, quebrar a zona empescoçada à frente da extremidade da trinca (YAMAKAWA, 2005). Os processos de fratura frágil e fratura dúctil são representados esquematicamente na Figura 9.

Figura 9 - Representação esquemática da zona de processo de fratura (a) em polímero vítreo e (b) em polímero dúctil.



Fonte: Yamakawa (2005).

O princípio da técnica é medir as energias de fratura a partir de curvas força (ou carga) x deslocamento de uma série de corpos de prova, garantindo-se que no ligamento (região de fratura) a plasticidade seja plenamente desenvolvida, ou seja, que toda a região do ligamento sofra deformação plástica (escoamento). Nestes casos, é possível dividir o trabalho

de fratura em uma parte que se desenvolve ao longo da linha de fratura e outra que se desenvolve em um volume de material ao redor da trinca. A primeira é proporcional à área de fratura e, portanto, ao comprimento do ligamento, enquanto que a segunda é proporcional ao volume da região circunvizinha. Tem sido observado que o volume da região circunvizinha é proporcional ao quadrado do comprimento do ligamento (PERES, 2005).

Dessa forma, a energia total absorvida na fratura de um determinado corpo de prova, W_f , é dada pela Equação (4).

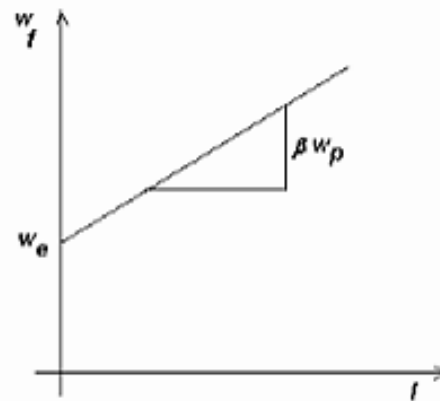
$$W_f = w_e.l.t + w_p.\beta.l^2.t \quad (4)$$

Onde w_e é o trabalho essencial de fratura, w_p é o trabalho plástico não essencial dissipado por unidade de volume do material, l é o comprimento do ligamento, t é a espessura da chapa e β é um fator de forma relacionado com a dimensão da zona plástica normal à linha da trinca. Normalizando por lt , chega-se a Equação (5):

$$W_f(W_f/lt) = w_e + w_p.\beta.l \quad (5)$$

Peres (2005) e Yamakawa (2005) destacam que se o ligamento dos corpos de prova estiver em um estado plano de tensão, w_e , w_p e β são independentes do comprimento do ligamento l , e quando w_f é plotado em um gráfico em função de l de acordo com a Equação (3), como exemplificado na Figura 10, há uma relação linear entre w_f e l , cuja inclinação é βw_p . O valor de w_e pode ser determinado a partir do gráfico, por análise de regressão linear dos dados, na intersecção da linha de regressão com o eixo das ordenadas e dessa forma, pode-se determinar a resistência do material a propagação de trincas.

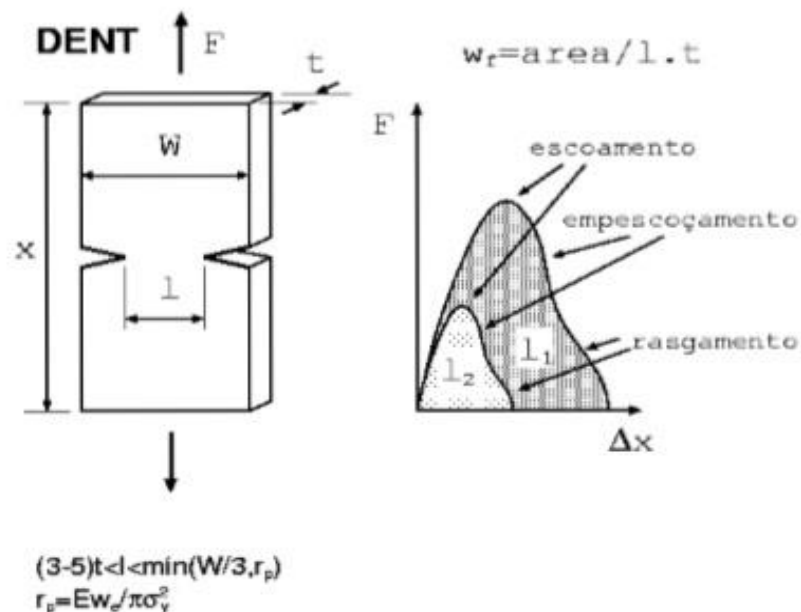
Figura 10 - Gráfico esquemático da relação entre w_f e l .



Fonte: Yamakawa (2005).

Apesar de ser mais comum a obtenção de w_e no estado plano de tensão, é possível obter um valor para o estado plano de deformação. A obtenção de um valor de estado plano de tensão implica que este seja o estado de tensão no ligamento de cada corpo de prova, o que tem implicação no tipo de corpo de prova usado e na faixa de comprimento de ligamento adotada. Em função da restrição imposta pelo método, é necessário que os comprimentos dos ligamentos sejam ainda relativamente curtos de forma a garantir o total escoamento desta região, o que implica o uso de corpos de prova com entalhes profundos (PERES, 2005). As restrições geométricas para um corpo de prova modelo DENT e um esquema de curvas são ilustradas na Figura 11.

Figura 11 - Esquema do método EWF: restrições geométricas à esquerda e curvas Força x Deslocamento à direita.



Fonte: Peres (2005).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

Neste trabalho foi utilizado resina de PEAD grade GF4950, fabricada pela Braskem S/A, indicada para processamento via sopro. Trata-se de um polietileno copolímero de alta densidade, que apresenta propriedades equilibradas de impacto e rigidez. Apresenta boa resistência ao *stress cracking* sendo adequado para o contato com substâncias tensoativas e produtos químicos. Algumas propriedades do material são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Propriedades do PE GF4950.

	Densidade (g/cm ³)	Índice de Fluidéz – 190°C/2,16kg (g/10min)	Tensão de Ruptura (MPa)	Impacto Izod (J/m)
Método ASTM	D 792	D 1238	D 638	D 256
Valores	0,956	0,36	30	150

Fonte: BRASKEM (2015).

3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Para a obtenção das amostras (CP's – corpos de prova) inicialmente foram preparadas placas de PEAD via compressão a quente, tanto para o método do *Ramp Test* quanto para o método *EFW*.

3.2.1 Preparação de placas moldadas por compressão

Foi utilizada uma prensa hidráulica MARCONI (Figura 12 - a), de placas 12x12 polegadas, com sistema de aquecimento e com capacidade de até 15 toneladas. Um molde retangular de aço galvanizado foi utilizado, com a finalidade de permitir o despejo do material granular e sua posterior compressão a quente (Figura 12 - b). O molde consistia em duas placas lisas de aço, com dimensões iguais a 252 mm x 272 mm, intercaladas por uma moldura de aço, com 2,1 mm de espessura e 5 mm de largura, acompanhando o perímetro das chapas (*flash mould*). Assim a cavidade útil foi de 144 cm³. Dessa forma, sabendo a densidade da resina disponível (0,956g/cm³), foi possível calcular a quantidade (g) suficiente de material necessário para a obtenção das placas. Optou-se por adicionar 10% a mais do que o calculado

para evitar vazios no momento da compressão, dessa forma, foi empregado um valor igual a 151,5 g de resina para a obtenção das placas.

Figura 12 - (a) Prensa Hidráulica. (b) Chapa inferior e paredes laterais do molde utilizado (revestidos com papel alumínio). No centro, quantidade de material (*pellets* de PEAD) utilizado, momento antes da moldagem via compressão.



Fonte: O autor (2017).

Baseado na norma ASTM D 4703-03: Standard Practice for Compression Molding Thermoplastic Material into Test Specimens, Plaques or Sheets, diversas placas foram obtidas. Inicialmente a prensa foi aquecida e estabilizada a 190°C. 151,5g do material foram despejados sobre a chapa inferior e o molde retangular, sendo comprimido pela chapa superior e o conjunto levado à prensa por cinco minutos sem pressão, para o seu pré-aquecimento. Em seguida, o conjunto foi pressionado sob carga de 6 toneladas por 5 minutos. Papel alumínio ligeiramente mais espesso que os encontrados comercialmente para cozinha revestiu as duas chapas de aço, a fim de evitar a aderência do material fundido no molde e garantir placas lisas, sem ocorrência de rugosidade e ondulações superficiais. Optou-se então, pelo emprego deste tipo de papel alumínio, pois o mais fino (comercial para cozinha) gerou placas com diversas marcas e rugosidades superficiais.

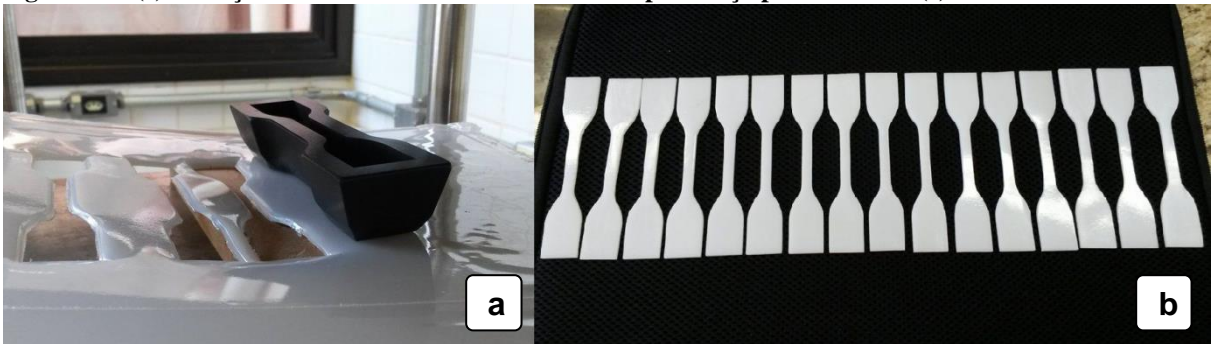
Com o objetivo de fazer a degasagem (aliviar brevemente a pressão) da placa, a pressão do sistema foi removida, sendo em seguida reaplicada (novamente 6 toneladas) durante 3 minutos. Por fim, o conjunto molde-placa prensada foi retirado da prensa e resfriada naturalmente em temperatura ambiente. Esta etapa é de importante controle, pois qualquer variação no procedimento de resfriamento do material poderá influenciar em sua densidade e cristalinidade, e consequentemente o módulo e a rigidez do polímero. Tal processo foi então

feito na bancada do laboratório a temperatura ambiente e com pesos sobre o molde para evitar o empenamento da placa durante o resfriamento.

3.2.2 Corpos de prova para ensaios de tração

Utilizou-se a prensa em temperatura ambiente e um estampo de aço, para extrair das placas os CP's com formato padronizado, tipo IV, conforme norma ASTM D 638, para execução dos ensaios do método *Ramp Test*. A Figura 13 (a) apresenta o momento da extração dos CP's e a Figura 13 (b) os CP's obtidos.

Figura 13 - (a) Extração dos CP's com o auxílio do estampo de aço padronizado. (b) CP's obtidos.



Fonte: O autor (2017).

3.2.3 Corpos de prova para os ensaios do *EFW*

Os CP's para execução dos ensaios do método *EFW* apresentavam geometria retangular com 130 mm de comprimento, 32 mm de largura e espessura conforme a placa obtida (aproximadamente 2,1 mm). Estes valores foram cuidadosamente marcados nas placas com uma caneta permanente e uma régua, conforme Figura 14 (a), para em seguida serem retirados com o auxílio de uma serra fita. As eventuais rebarbas foram retiradas com uma lima.

Os entalhes laterais foram introduzidos através de cortes alinhados e igualmente espaçados das bordas dos CP's, produzidos por uma lâmina nova, afiada e pontiaguda (estilete) de aço. Na operação da introdução dos entalhes (Figura 14 - b), previamente foram realizadas marcações dos diferentes comprimentos dos entalhes, com uma caneta permanente, régua e paquímetro, a fim de auxiliar na operação da introdução dos entalhes com a lâmina. Os CP's foram levados a uma morsa, de forma que ficassem fixos, e foram protegidos com um material macio (espuma) e a introdução foi cuidadosamente executada, de forma que os

entalhes estivessem alinhados ao máximo e perpendiculares ao eixo principal do corpo de prova. O processo se repetiu cuidadosamente e igualmente para todos os CP's, com foco na reprodutibilidade da inserção dos entalhes, pois este processo é de extrema importância para validação do método.

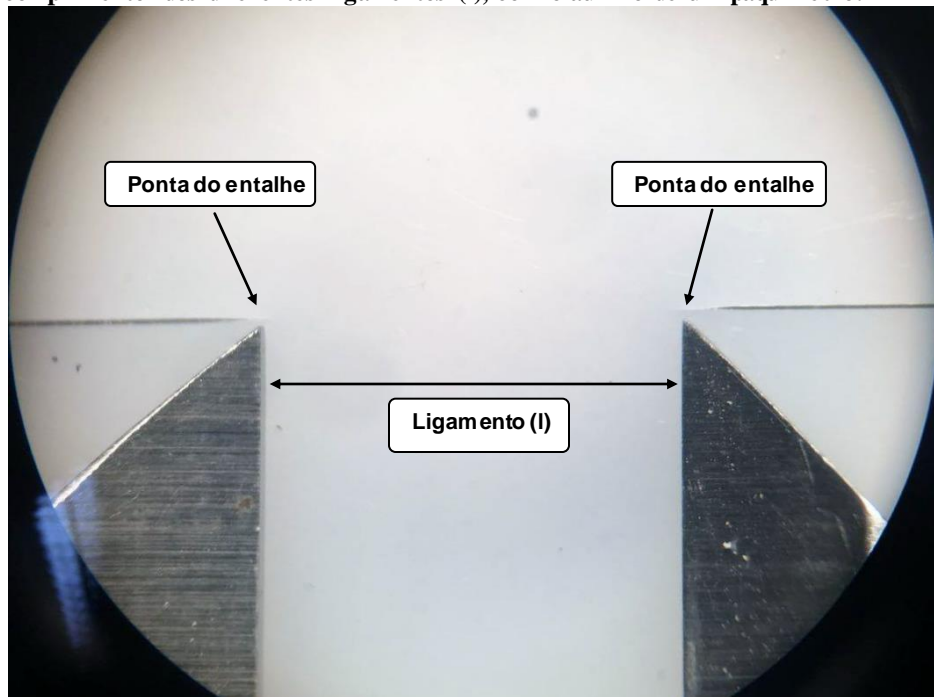
Figura 14 - (a) Marcação nas placas das dimensões dos CP's para o método EWF. (b) Introdução dos entalhes laterais.



Fonte: O autor (2017).

A medição dos comprimentos dos ligamentos (região do CP entre as pontas dos entalhes, delimitada por l) após a introdução dos entalhes laterais foi realizada com o auxílio de um estereoscópio e um paquímetro, como observado na Figura 15. Desejou-se obter ligamentos o mais próximo possível dos valores nominais: 14 mm, 12 mm, 10 mm, 8 mm e 6 mm. Para os ligamentos de 14 mm e 12 mm a verificação foi realizada com o auxílio de um paquímetro a olho nu, pois estes foram os primeiros a serem preparados e no decorrer do estudo viu-se a necessidade de uma maior precisão de medida, dessa forma, para os ligamentos de 10 mm, 8 mm e 6 mm empregou-se o estereoscópio, como citado anteriormente.

Figura 15 – Imagem obtida através do estereoscópio da verificação do comprimento dos diferentes ligamentos (l), com o auxílio de um paquímetro.



Fonte: O autor (2017).

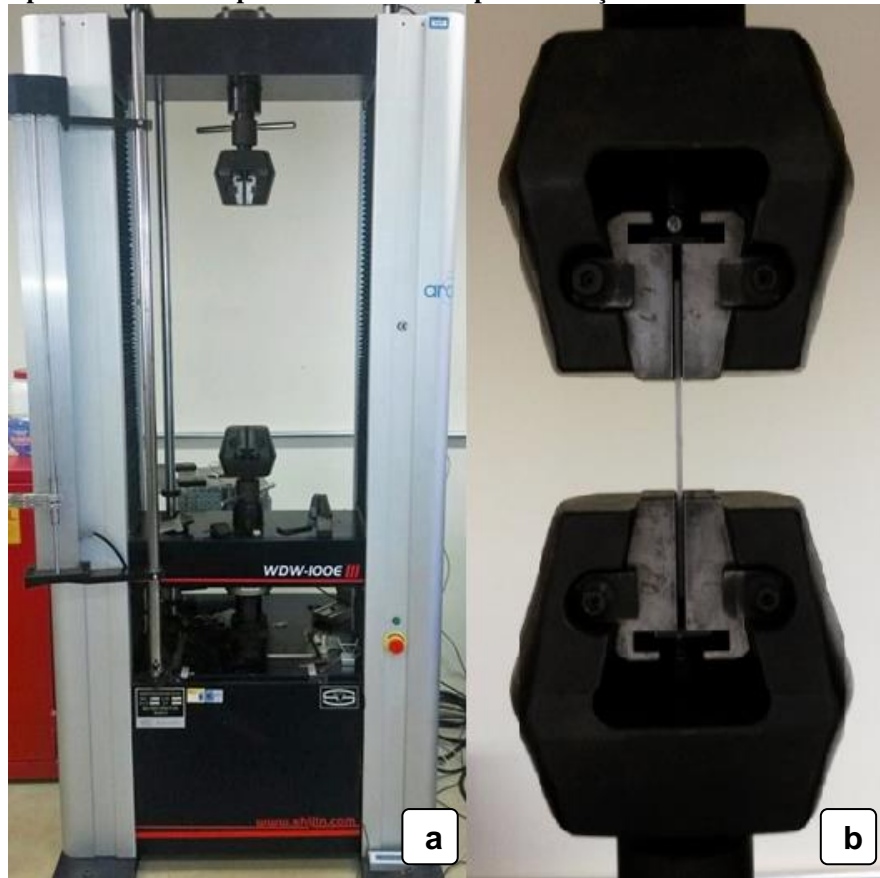
3.3 ENSAIOS MECÂNICOS

Os ensaios de tração foram realizados na máquina universal de ensaios, modelo WDW-100E disponível no laboratório de ensaios da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Londrina, conforme ilustrado na Figura 16.

Foi realizado um total de 54 ensaios, sendo 14 para o método *Ramp Test* e 40 para o método *EWf*. Os ensaios foram executados nas velocidades iguais a: 0,5mm/min, 1mm/min, 10mm/min e 100mm/min. Todos foram realizados com a temperatura do local (laboratório de ensaios) controlada por ar condicionado, igual a $17^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ⁴.

⁴ Esta é a temperatura que normalmente se mantém o laboratório.

Figura 16 - (a) Máquina Universal de Ensaio utilizada. (b) Detalhe aproximado do CP preso aos mordentes para execução do ensaio.



Fonte: O autor (2017).

A Tabela 3 apresenta as velocidades dos ensaios e a quantidade de CP's utilizados para aplicação do método *Ramp Test*.

Tabela 3 - Velocidades e quantidade de CP utilizados no método do *Ramp Test*.

Velocidade (mm/min)	100	10	1	0,5
n° de CP's	5	3	3	3

A Tabela 4 apresenta os diferentes comprimentos do ligamento (l) e a quantidade de CP's utilizados para a aplicação do método *EWf*.

Tabela 4 - Comprimentos do ligamento (l) e quantidade de corpos de prova.

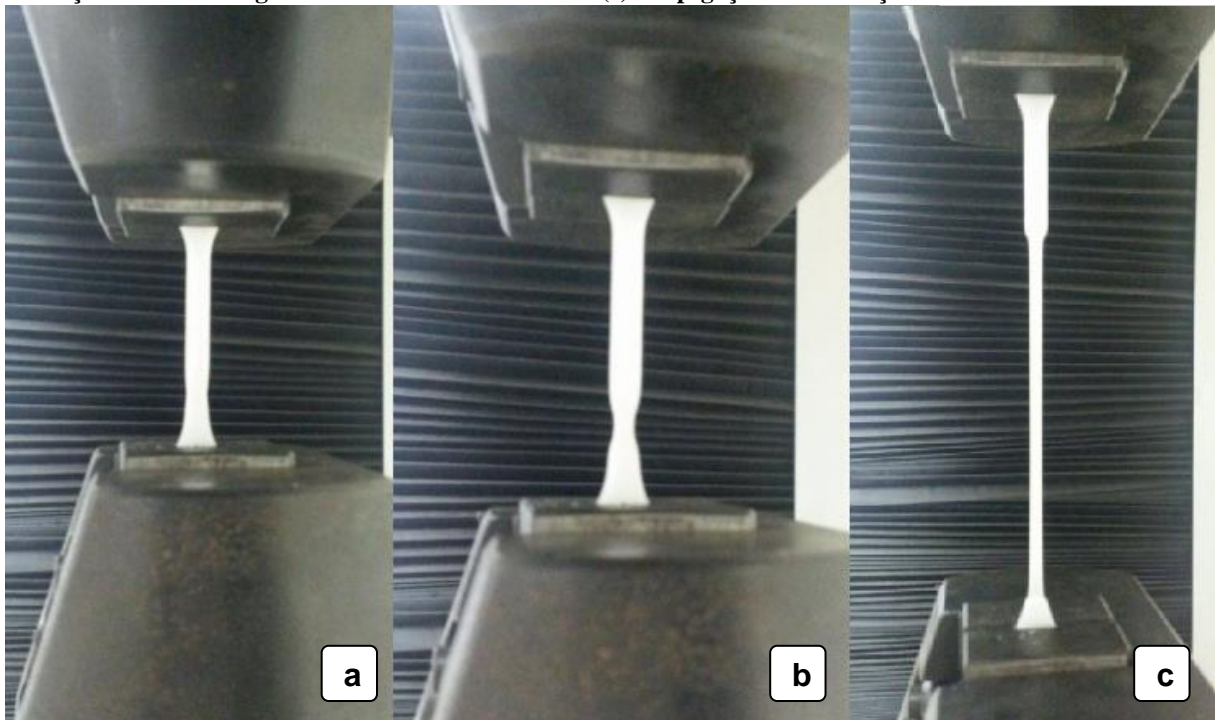
Ligamento - l (mm)	6	8	10	12	14
n° de CP's	8	8	8	8	8

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 RAMP TEST

Foi realizado um total de 14 ensaios para a aplicação do método *Ramp Test*. A Figura 17 ilustra uma sequencia de imagens coletados em um ensaio típico realizado, podendo-se observar o início da estricção (a), desenvolvimento da estricção (b) e propagação da estricção (c).

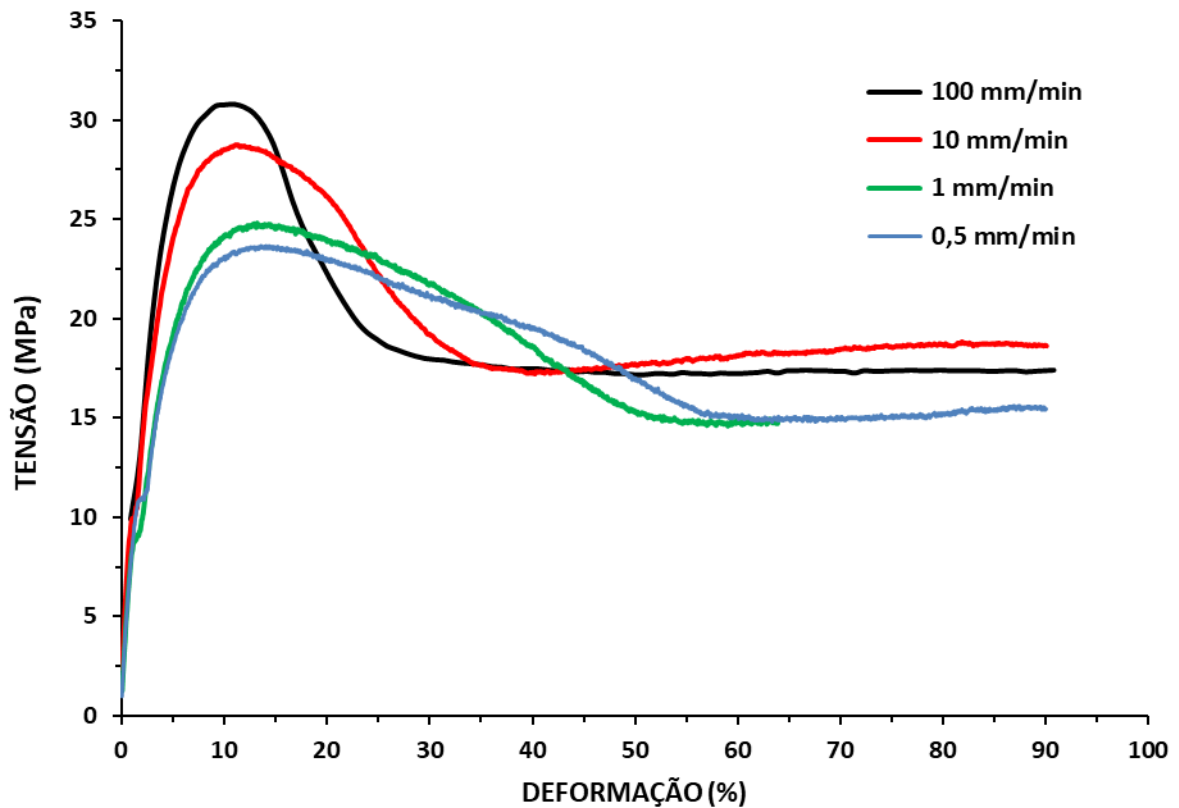
Figura 17 - (a) Início do ensaio com certa região (região inferior do CP) concentradora de tensão. (b) Estricção do CP na região concentradora de tensão. (c) Propagação da estricção.



Fonte: O autor (2017).

O comportamento do material nos ensaios foi típico para o PEAD e outros materiais poliméricos parcialmente cristalinos a temperatura ambiente, ficando bem caracterizadas as tensões de escoamento e de estiramento a frio em todas as amostras ensaiadas. A Figura 18 apresenta a superposição de curvas tensão – deformação com diferentes velocidades tipicamente observadas nos ensaios de tração.

Figura 18 - Gráfico comparativo de 4 ensaios com diferentes velocidades: 100mm/min, 10mm/min, 1mm/min e 0,5mm/min.



A Tabela 5 apresenta os resultados obtidos de todos os ensaios de tração realizados para a aplicação do método *Ramp Test*. Nela é apresentada a velocidade de ensaio em mm/min (V), número do corpo de prova (CP), área inicial em mm² (A_0), o limite de resistência à tração em MPa (σ_{LRT}) – equivalente ao limite de escoamento, yield point (σ_y), anteriormente citado, tensão de estiramento em MPa ($\sigma_{estiramento}$) – equivalente a tensão de estiramento a frio, cold drawing (σ_{df}), anteriormente citado, taxa de deformação ($d\varepsilon/dt$) e o LOG da taxa de deformação.

Tabela 5 - Relação de ensaios realizados para aplicação do método Ramp Test.

Velocidade (mm/min)	CP (n°)	A ₀ (mm ²)	σ_{LRT} (MPa)	$\sigma_{estiramento}$ (MPa)	d ϵ /dt	LOG (d ϵ /dt)
0,5	1	11,7786	23,67	14,86	0,000236	-3,627088
0,5	7	13,4325	22,42	13,40	0,000233	-3,632644
0,5	8	13,4018	22,30	13,80	0,000233	-3,632644
1	9	12,8570	23,99	14,34	0,000464	-3,333482
1	10	12,4110	23,93	14,10	0,000464	-3,333482
1	11	13,3056	23,15	13,86	0,000465	-3,332547
10	4	12,3310	28,03	17,03	0,004681	-2,329661
10	5	13,3100	28,76	17,28	0,004613	-2,336017
10	13	14,1192	26,56	15,64	0,004724	-2,325690
100	2	13,4470	32,30	17,10	0,047930	-1,319393
100	3	13,5973	30,80	17,28	0,046959	-1,328281
100	6	13,9464	29,63	15,77	0,047047	-1,327468
100	12	12,9789	31,59	16,18	0,046427	-1,333229
100	14	13,0680	31,37	16,84	0,046095	-1,336346

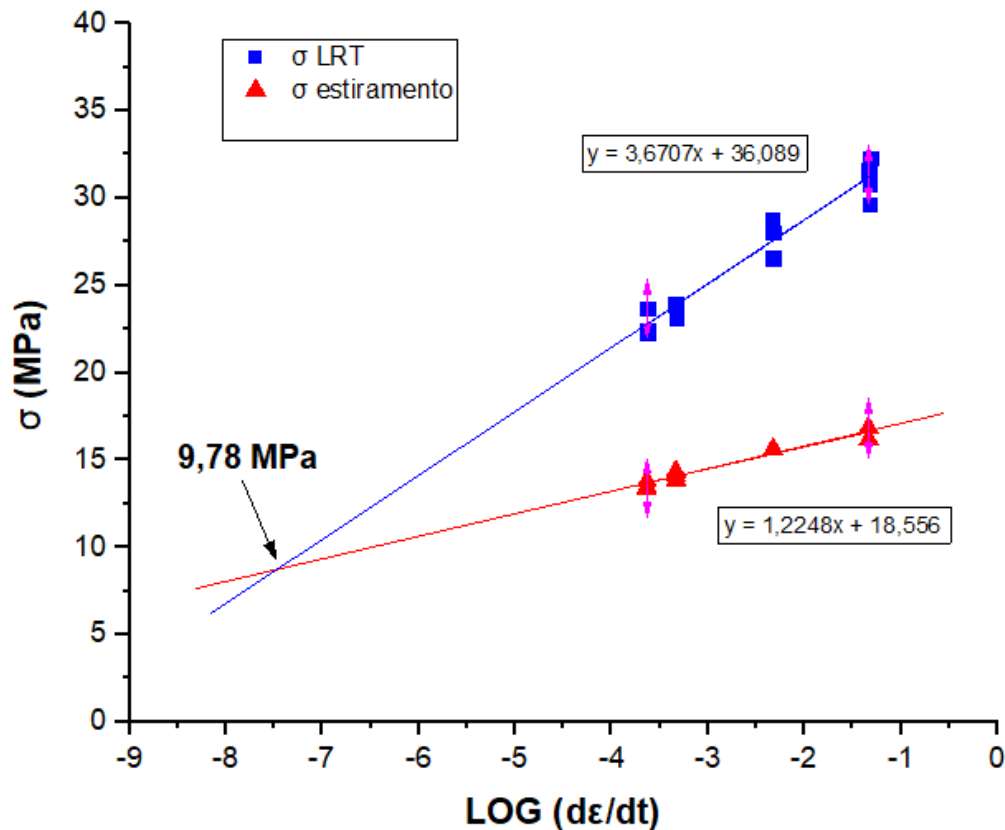
Após a análise dos dados, apresentados na Tabela 5, foi calculada a média das tensões obtidas a fim de facilitar na análise da dependência na velocidade de ensaio. Estes valores médios são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Média das tensões de Limite de Resistência a Tração (σ_{LRT}) e de Estiramento ($\sigma_{estiramento}$) para Velocidades iguais a 0,5mm/min, 1mm/min, 10mm/min e 100mm/min.

Velocidade (mm/min)	σ_{LRT} (MPa)	$\sigma_{estiramento}$ (MPa)
0,5	22,80	14,02
1	23,69	14,10
10	27,78	16,65
100	31,14	16,63

A análise da Tabela 6 e da Figura 18 indica que para maiores velocidades de ensaio, maiores valores de tensões foram obtidas, o que é esperado, uma vez que à medida que a velocidade do teste de tração aumenta, o fluxo molecular diminui e conseqüentemente o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento aumentam.

Com os dados da Tabela 5 foi possível aplicar o método, apresentado na Figura 19. Nele, foi plotado os valores de tensões de limite de resistência à tração x logaritmo da taxa de deformação (σ_{LRT} x d ϵ /dt) e os valores de tensões de estiramento x logaritmo da taxa de deformação ($\sigma_{estiramento}$ x d ϵ /dt), obtendo assim duas retas com inclinações diferentes. No gráfico são apresentadas as equações das respectivas retas obtidas.

Figura 19 - Gráfico do *Ramp Test* obtido.

A análise da Figura 19 permite observar que as duas retas apresentam comportamento linear, mas com inclinações diferentes, ou seja, há uma maior dependência da taxa de deformação para os resultados de resistência a tração do que para tensões de estiramento. Por extrapolação dos dados, pode-se obter uma tensão comum às duas retas, no qual é denominada de tensão característica (σ_0) (ZHOU et al, 2001). Zhou et al. (2001), propuseram que σ_0 corresponde a uma tensão no qual ocorre a transição dúctil-frágil do mecanismo de fratura do material, considerando-se que σ_{LRT} está relacionada com a falha dúctil, e que a falha frágil está relacionada com a formação de *crazes* em níveis de tensão iguais ou menores que $\sigma_{\text{estiramento}}$. Dessa forma é proposto que ocorra um predomínio de um mecanismo de falha dúctil acima de 9,78MPa e um mecanismo de falha frágil abaixo de aproximadamente 9,78MPa.

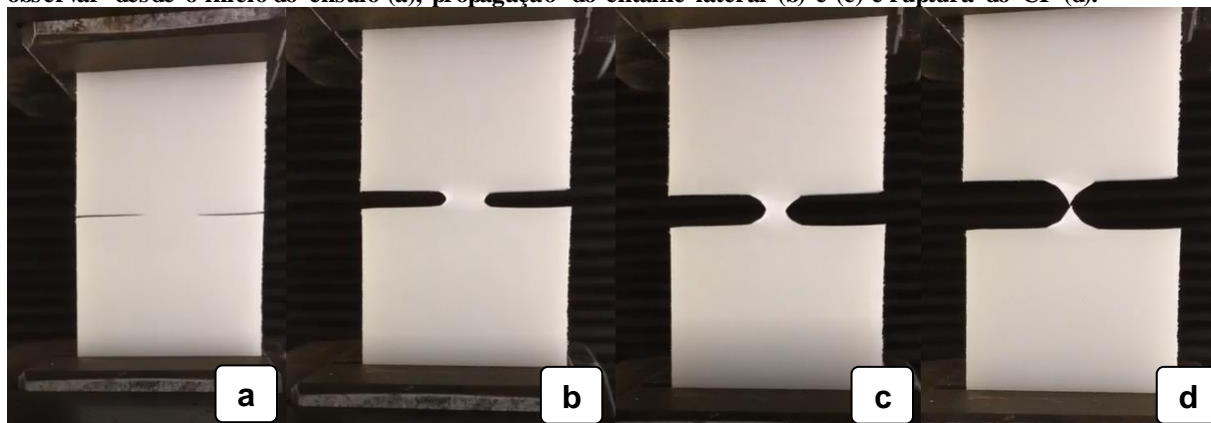
O resultado do ramp teste é comparável com os resultados obtidos com outros *grades* de polietileno utilizados na fabricação de tubos (PERES, 2005).

4.2 TRABALHO ESSENCIAL DE FRATURA – *EFW*

Foi realizado um total de 40 ensaios para a aplicação do método. Variou-se o tamanho dos ligamentos nos CP's; 6 mm, 8 mm, 10 mm, 12 mm e 14 mm e a velocidade de ensaios para os mesmos ligamentos. As velocidades de ensaio foram iguais às aplicadas anteriormente para o *Ramp Test*; 0,5 mm/min, 1 mm/min, 10 mm/min e 100 mm/min. O Apêndice A apresenta os dados dos ensaios realizados, com as respectivas condições de teste (tamanho do ligamento – l , velocidade de ensaio - mm/min e área inicial – mm²) e o trabalho total de fratura W_f obtido em cada ensaio, no qual são apresentado as retas (Figura 25, Figura 26, Figura 27 e Figura 28) a partir da normalização (divisão pela área dos ligamentos) dos valores de W_f .

A Figura 20 ilustra uma sequencia de imagens coletados em um ensaio realizado. Tipicamente, observou-se um arredondamento na ponta da trinca e início do processo de escoamento do material nesta região. Em seguida, ocorreu a propagação completa do escoamento pela região do ligamento, antes do início da ruptura do ligamento, o que é um requisito do método *EFW*. Por fim, ocorreu a ruptura/fratura do ligamento.

Figura 20 - Ensaio em andamento. CP com entalhe lateral para aplicação do método *EFW*. Nele, é possível observar desde o início do ensaio (a), propagação do entalhe lateral (b) e (c) e ruptura do CP (d).



Fonte: O autor (2017).

Nas Figuras 21 a 24 são apresentados as curvas Carga (N) x Deslocamento (mm) superpostas. Cada Figura apresenta uma família de curvas, para uma mesma velocidade de ensaio, correspondente aos diferentes comprimentos de ligamentos.

Figura 21 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 0,5mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).

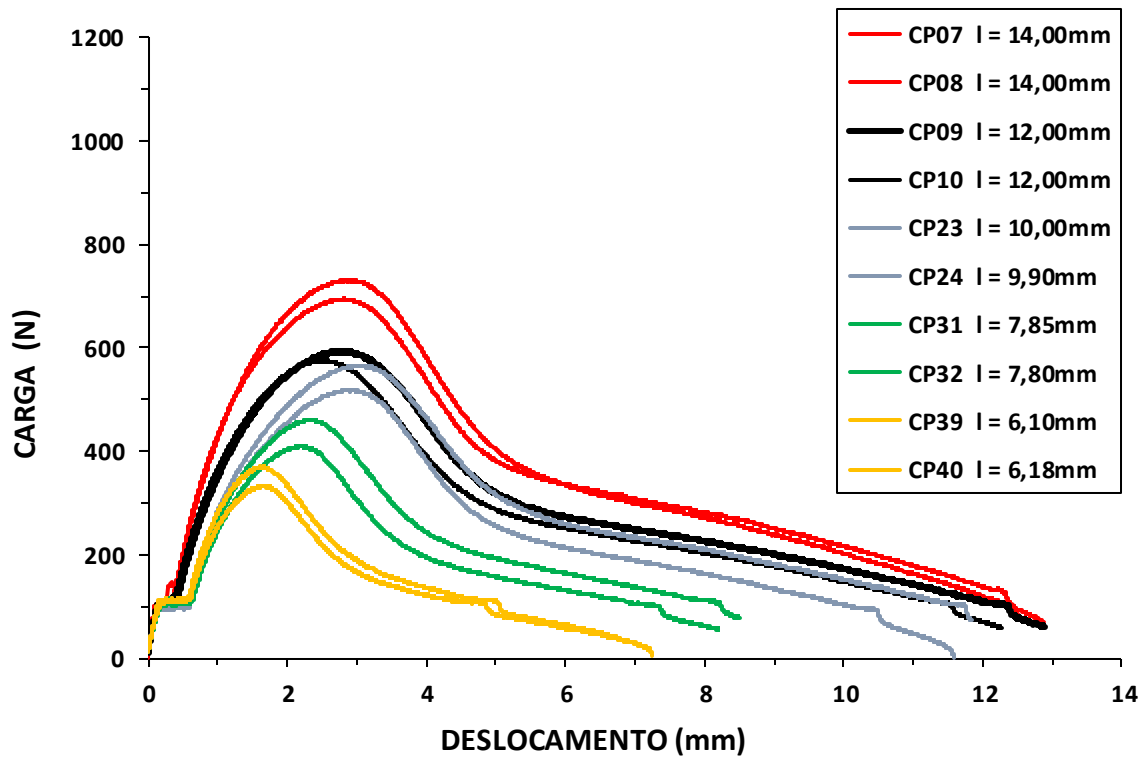


Figura 22 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 1mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).

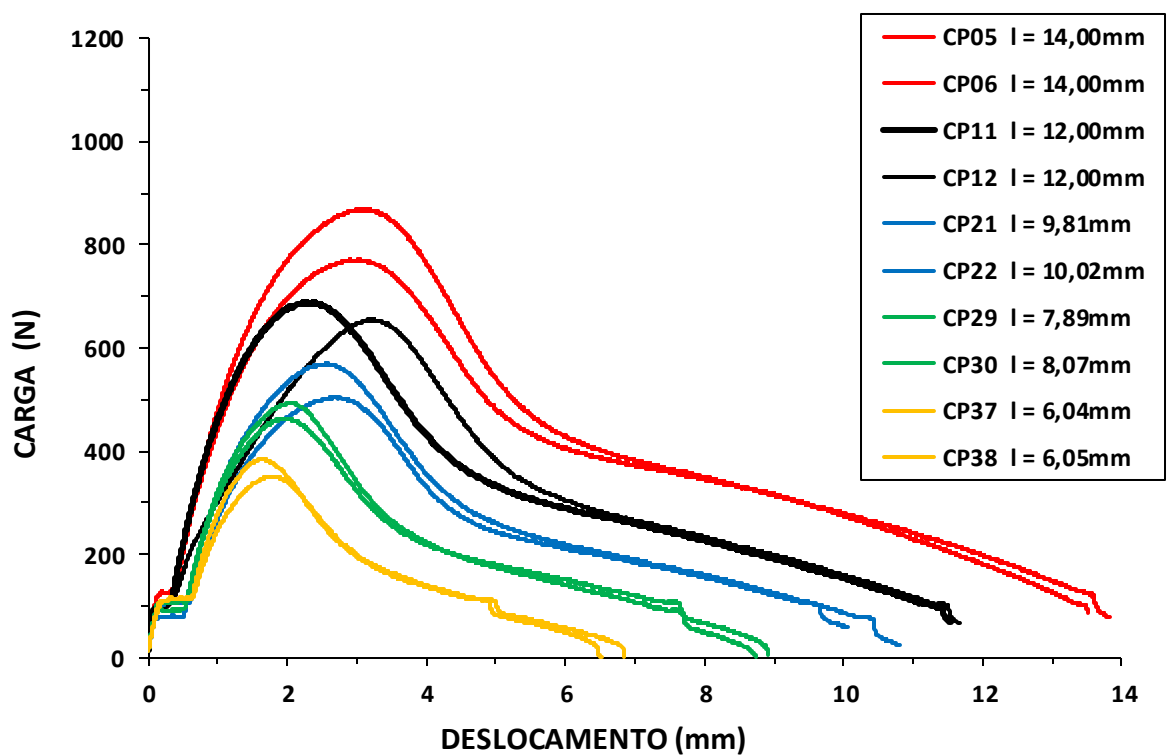


Figura 23 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 10mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).

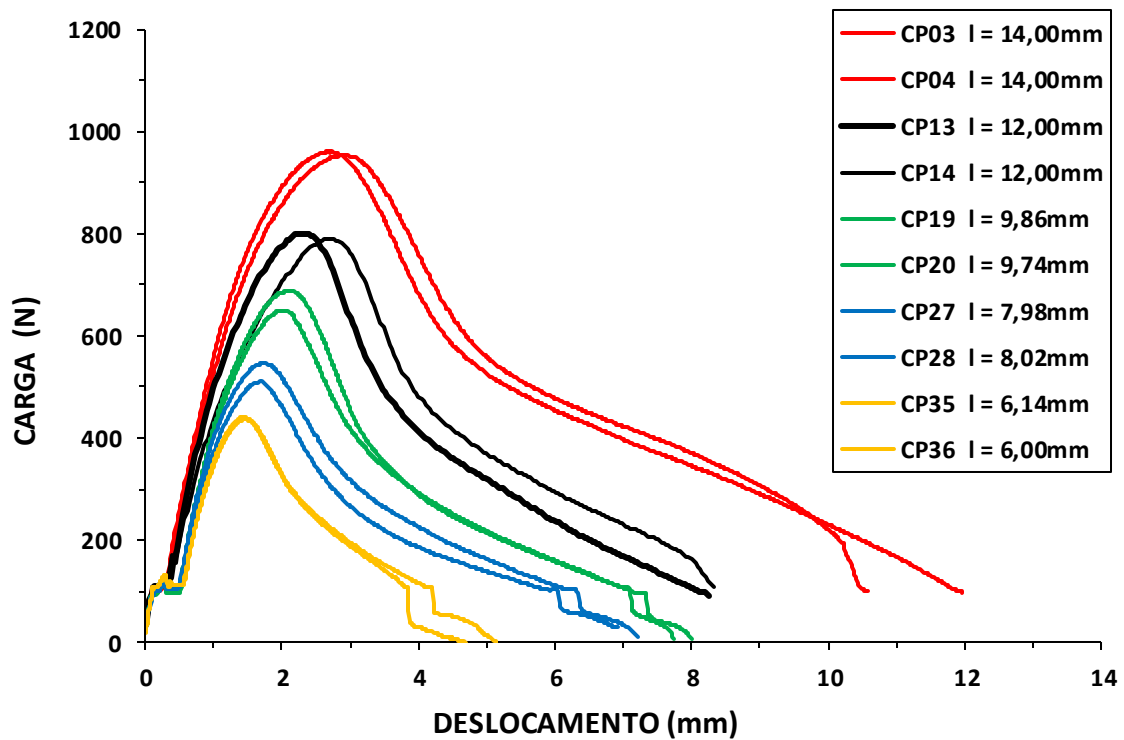
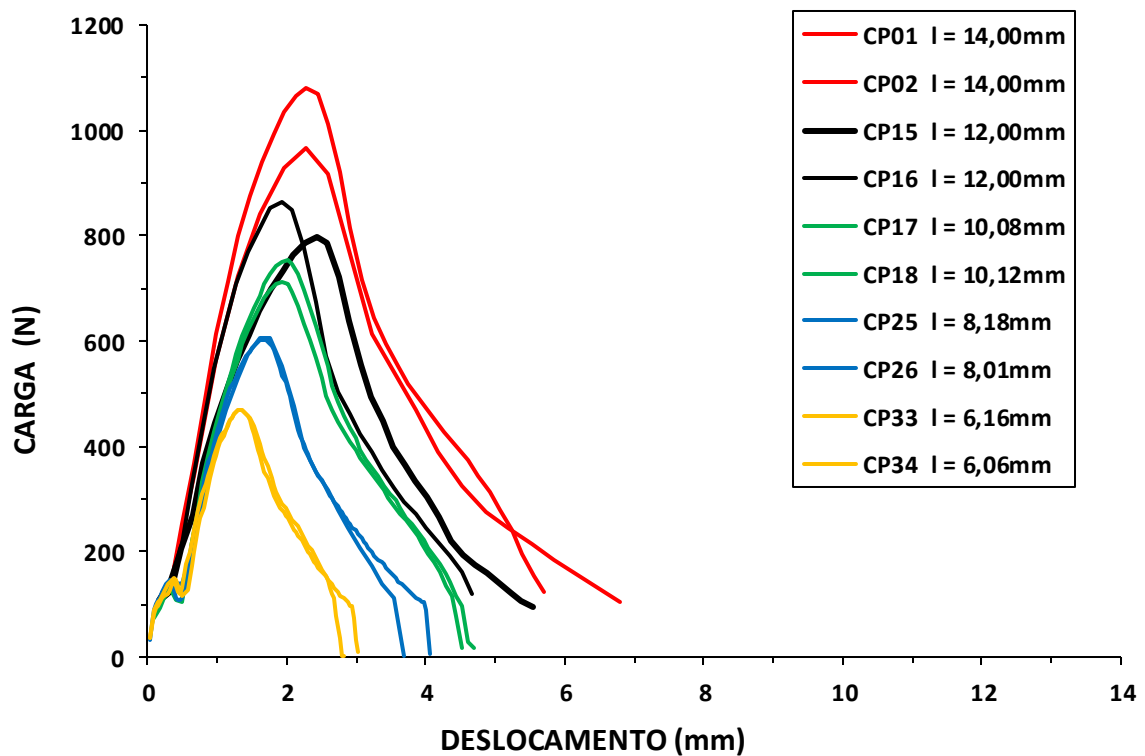


Figura 24 - Conjunto de todas as curvas obtidas para velocidade de ensaio igual a 100mm/min. É indicado o número do CP e o tamanho dos ligamentos (14mm, 12mm, 10mm, 8mm e 6mm).



As curvas carga x deslocamento obtidas nos ensaios (Figuras 21 a 24) correspondem bastante com o comportamento esperado (WILLIAMS; RINK, 2007; FINOCCHIO, 2013). A auto similaridade entre as curvas é uma das condições básicas para validade dos resultados do *EFW* (PERES, 2005; FINOCCHIO, 2013). Foi observado que todos os CP's apresentaram escoamento na região do ligamento antes da propagação da trinca, apresentando curvas de força x deslocamento com formato típico esperado para materiais de comportamento dúctil (FINOCCHIO, 2013).

O trabalho total de fratura (W_f) foi calculado a partir da área sob as curvas força x deslocamento, empregando-se o algoritmo do trapézio (BARROS, 1972). Dessa forma, foi possível calcular o trabalho de fratura específico (w_f), normalizando os resultados de W_f pela área da seção no ligamento (comprimento do ligamento x espessura do CP).

Sobre os dados obtidos, aplicou-se uma análise de regressão linear do trabalho de fratura específico (w_f) em função do comprimento do ligamento (l) pelo método dos mínimos quadrados, eliminando os registros cujas diferenças entre resíduos e seus correspondentes valores previstos pela regressão fossem maiores que \pm uma vez o desvio padrão dos resíduos (PERES, 2005). Sobre os dados restantes aplicou-se a análise de regressão linear definitiva. A regressão teve como objetivo fornecer os valores de trabalho essencial de fratura específico (w_e) e o parâmetro βw_p , cujos valores correspondem respectivamente, ao coeficiente linear e coeficiente angular. As Figuras 25 a 28 apresentam os gráficos com a análise de regressão realizada, indicando os valores de w_e e βw_p e os respectivos intervalos de confiança – IC de 95%.

Figura 25 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 0,5mm/min.

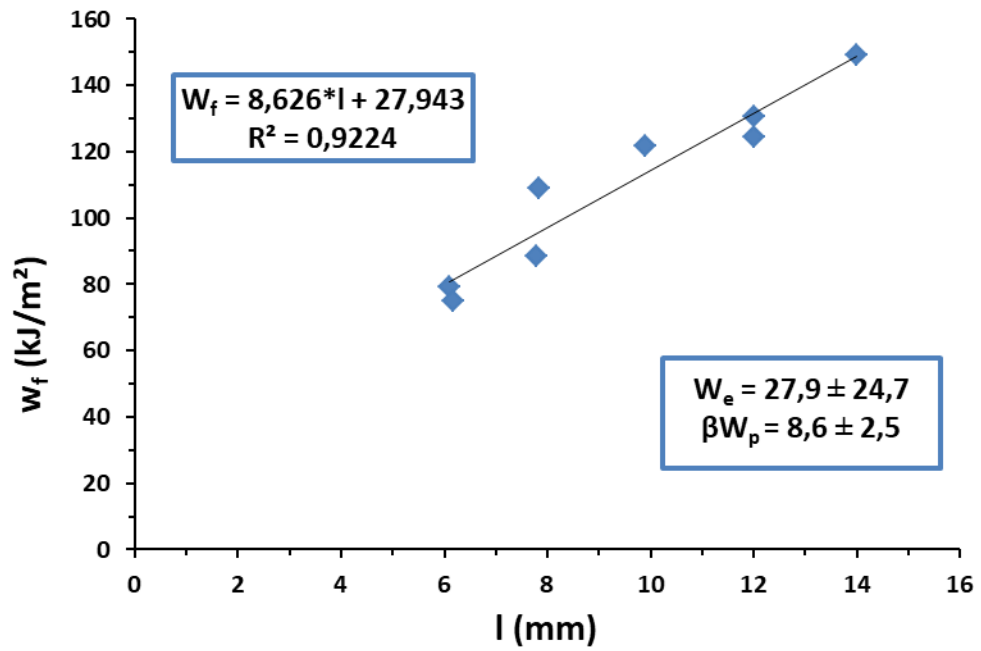


Figura 26 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 1mm/min.

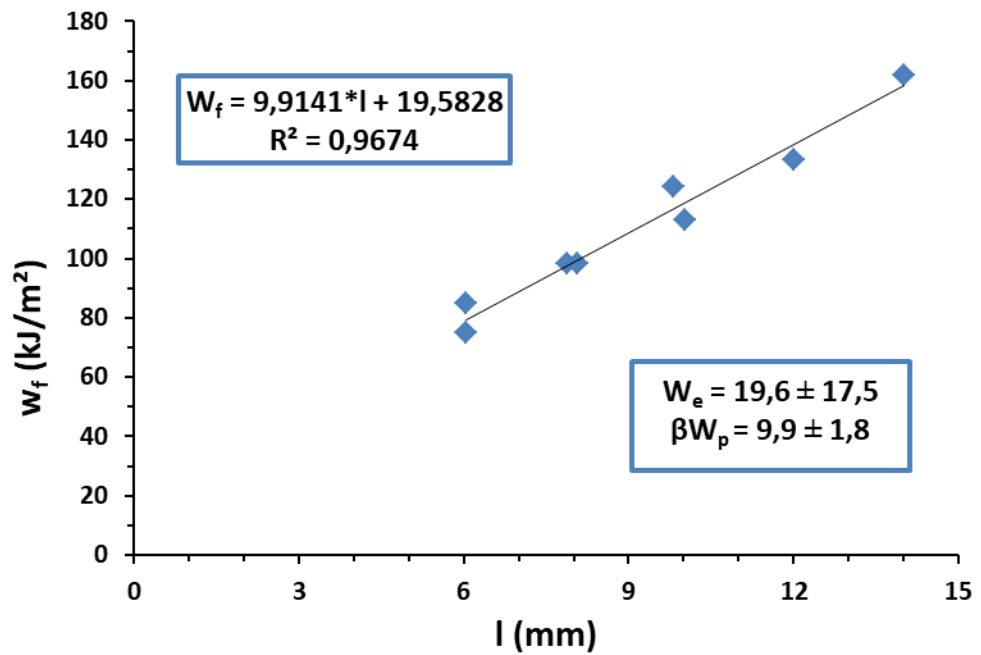


Figura 27 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 10mm/min.

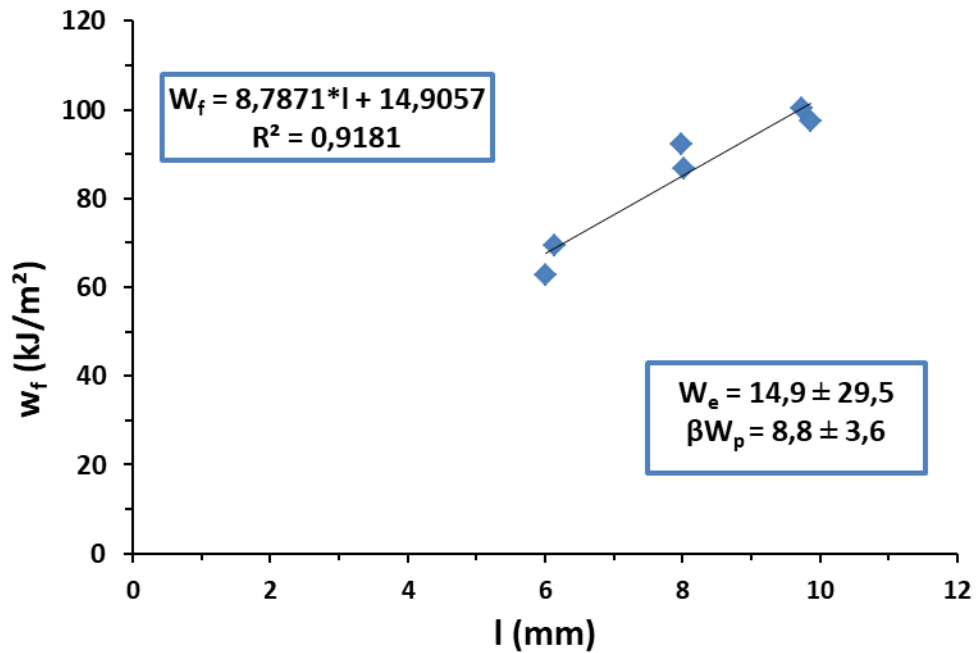
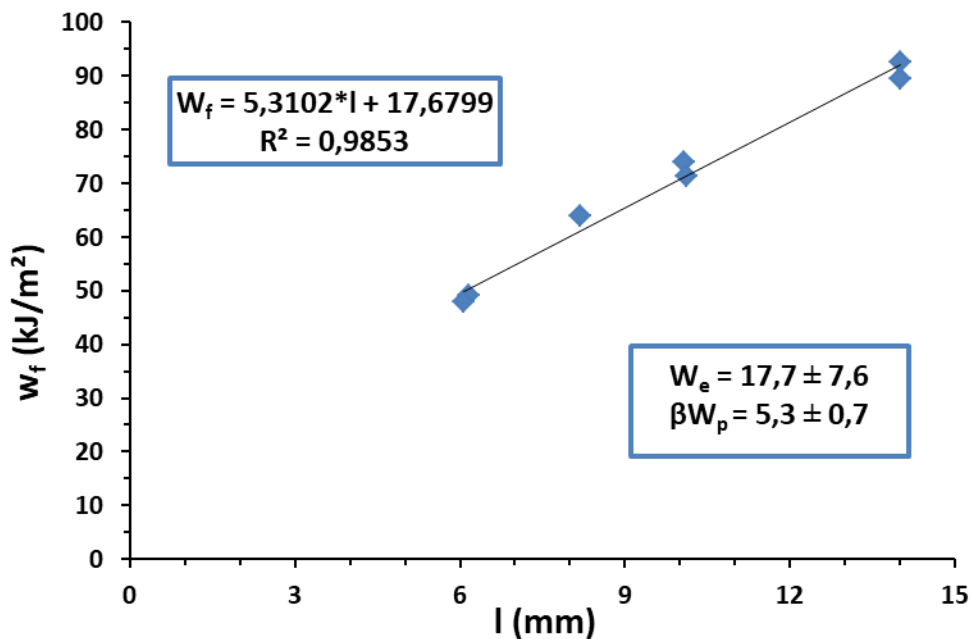


Figura 28 - Regressão linear dos ensaios realizados com velocidade igual a 100mm/min.



Como observado, a análise de regressão permitiu a obtenção dos valores de w_e e βw_p , assim como seus respectivos IC de 95%. As Figuras 29 e 30 apresentam os resultados de w_e e βw_p em função da velocidade de ensaio, com seus respectivos IC's, e a Tabela 7 apresenta o resumo dos resultados. Os valores obtidos de w_e e βw_p são comparáveis com os encontrados em literatura (BÁRÁNY, T. et al, 2010) (PERES, 2005).

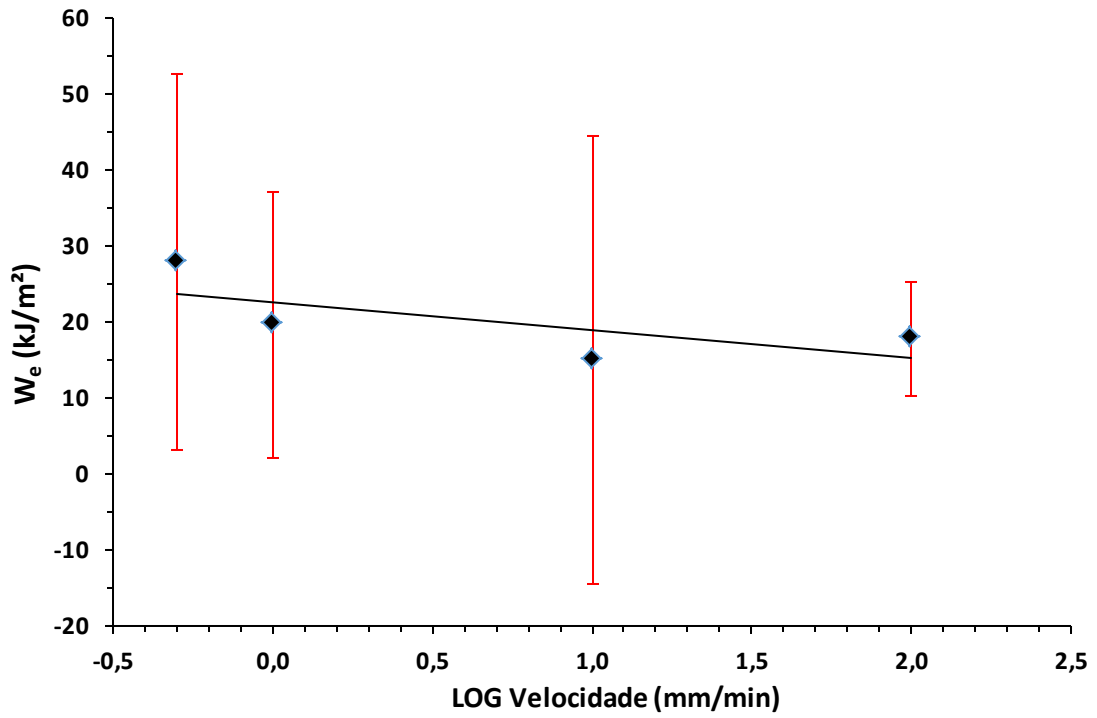
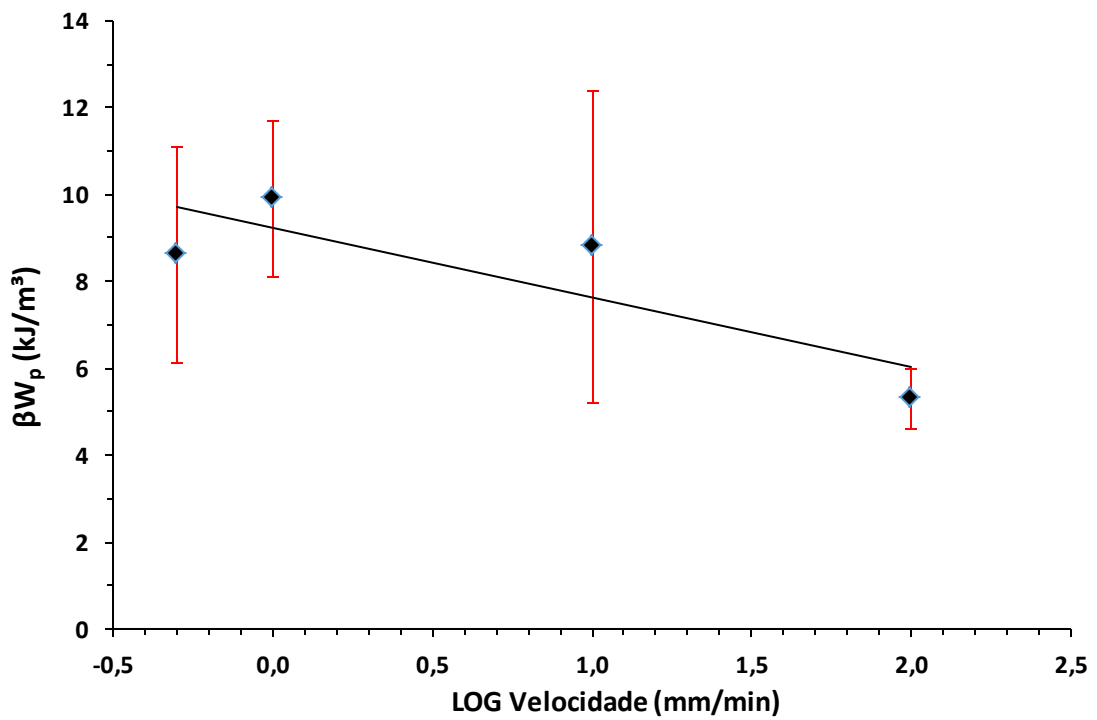
Figura 29 - Trabalho essencial de fratura (w_e) em função da velocidade de ensaio.Figura 30 - Parâmetro βw_p em função da velocidade de ensaio.

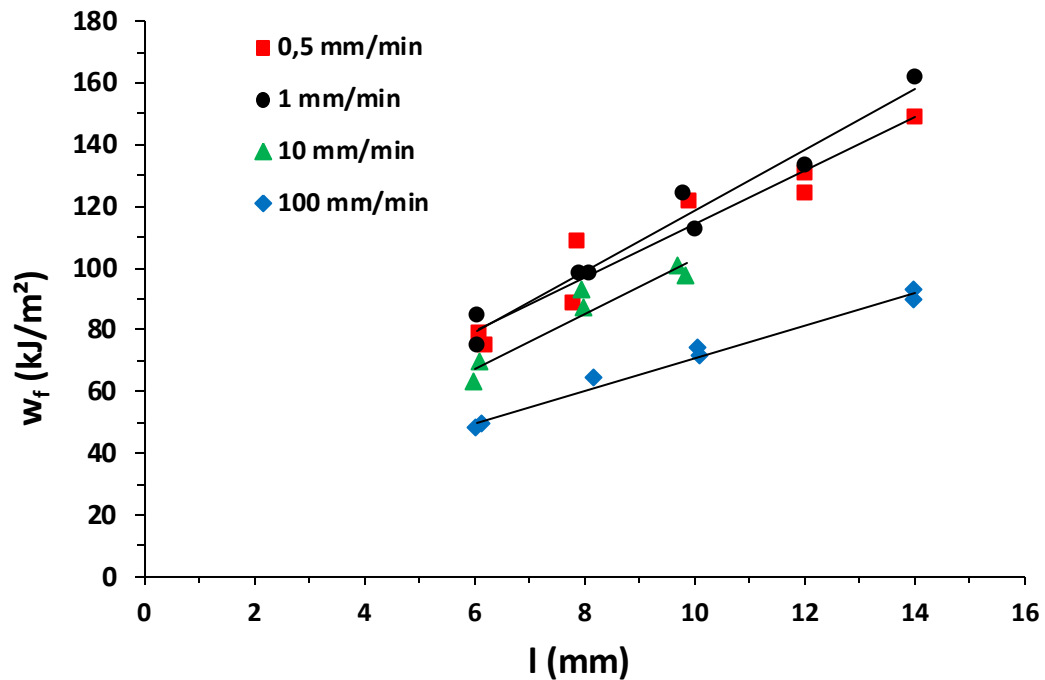
Tabela 7 - Resumo dos resultados indicando a velocidade de ensaio (mm/min) e seus respectivos parâmetros obtidos: W_e (kJ/m²) \pm IC e βw_p (MJ/m²) \pm IC.

Velocidade (mm/min)	$w_e \pm IC$ (kJ/m ²)	$\beta w_p \pm IC$ (MJ/m ²)
0,5	27,9 \pm 24,7	8,6 \pm 2,5
1	19,6 \pm 17,5	9,9 \pm 1,8
10	14,9 \pm 29,5	8,8 \pm 3,6
100	17,7 \pm 7,6	5,3 \pm 0,7

Considerando-se a dispersão observada nos resultados, caracterizada pela amplitude dos intervalos de confiança, não se pode dizer que os resultados de w_e para as diferentes velocidades adotadas neste trabalho sejam significativamente diferentes. Os resultados médios parecem indicar uma tendência de redução do valor de w_e com o aumento da velocidade, o que contrasta com as observações de (PEGORETTI; BERTOLDI; RICCO, 2005; BÁRÁNY et al., 2010; FINOCCHIO, 2013) mas são comparáveis com os resultados obtidos por (CHING; POON; MAI, 2000). Entretanto, como salientado, a amplitude dos intervalos de confiança de 95% prejudica a comparação direta dos resultados médios de w_e .

Os resultados de βw_p sugerem uma redução no valor deste parâmetro com o aumento da velocidade do ensaio, o que confere com as observações de (BÁRÁNY et al., 2010; FINOCCHIO, 2013), já que este parâmetro está associado a energia absorvida principalmente pela deformação plástica volumétrica que ocorre na região do ligamento. Dessa forma, com o aumento da velocidade de ensaio, a deformação plástica ocorrerá em menor quantidade, conseqüentemente diminuindo os valores de βw_p (quando comparado os valores para um mesmo material). Conforme apresentado na Figura 31 na qual as curvas de regressão do *EFW* para as diferentes velocidades estão superpostas, observa-se que há um menor dispêndio energético específico para a ruptura do material à medida que a velocidade (taxa de deformação) aumenta. Por outro lado, os resultados obtidos por CHING et al. (2000), com o polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) indicam um aumento do parâmetro βw_p com um aumento significativo na taxa de deformação do material. Entretanto, salienta-se que no trabalho de CHING et al. (2000) as velocidades de ensaio aumentaram em aproximadamente 2200 vezes, enquanto que neste trabalho a relação entre a maior e menor velocidade adotada foi de 200 vezes e comparáveis as velocidades estudadas por (BÁRÁNY et al., 2010; FINOCCHIO, 2013).

Figura 31 - Superposição das retas de regressão para as diferentes velocidades de ensaio.



Neste trabalho não foi possível estabelecer uma correlação entre os resultados do *Ramp Test* e *EFW*. A proposta do *ramp test* é a obtenção de certa tensão característica, abaixo do qual o mecanismo de deformação plástica predominante no material é o microfibrilamento (*crazing*). Entretanto, a nucleação de *craze* é favorecida por um estado plano de deformação local (estado de tensão triaxial), que concorre para a formação de microvazios (DEBLIECK, et al., 2011). Por outro lado, os ensaios de *EFW* foram desenvolvidos essencialmente sob condições predominantes de tensão plana, não se tendo notado a ocorrência de *crazing* mesmo nas menores taxas de deformação aplicadas. Considerando-se ainda a dispersão dos resultados, própria do *EFW* (WILLIANS; RINK, 2007), não foi possível identificar uma inflexão na variação dos parâmetros do método *EFW* (um método energético) com a velocidade de ensaio, principalmente nas velocidades mais reduzidas, o que poderia sugerir uma mudança do mecanismo predominante de fratura no material, como é a proposta do *ramp test* (baseado em tensão).

5 CONCLUSÃO

Os resultados do *Ramp Test* foram comparáveis com resultados de experimentos anteriores em polietileno de média e alta densidade empregados na fabricação de tubos. A tensão característica obtida foi $\sigma_0 = 9,78\text{MPa}$.

Os valores do trabalho essencial de fratura - w_e obtidos, associados às respectivas amplitudes do intervalo de confiança (95%) não permite afirmar que este parâmetro seja sensível à taxa de deformação, considerando-se as velocidades de ensaio adotadas neste trabalho.

Os resultados do trabalho não essencial de fratura - βw_p sugerem que este parâmetro diminui com o aumento da taxa de deformação, em coerência com outros trabalhos publicados, envolvendo velocidades de ensaio comparáveis.

A quantidade de amostras utilizadas nos ensaios de *EWF* demonstrou-se insuficiente para proporcionar resultados que pudesse ser comparados com precisão e significância estatística apreciável.

Neste trabalho, não foi possível estabelecer uma correlação entre a tensão característica obtida pelo método do *Ramp Test* e os parâmetros do *EWF*, provavelmente porque o estado de tensão desenvolvido na região da ponta da trinca nos ensaios de *EWF* nas menores velocidades de ensaio adotadas era essencialmente de tensão plana, enquanto que a iniciação do fenômeno *crazing* requer preferencialmente um estado plano de deformação.

6 TRABALHOS FUTUROS

Como possíveis trabalhos futuros, pode-se apontar:

- Variar a espessura das amostras para o *EWf*, sugestão: de 5 a 20 mm, proporcionando assim, um estado plano de deformação nos CP's.
- Aumentar significativamente a quantidade de amostras e a gama de ligamentos, pois assim se reduz a dispersão.
- Empregar um conjunto maior e mais amplo de velocidades de ensaio, sugestão: partir de 0,1mm/min até 500mm/min.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ASTM INTERNATIONAL D 638 – 08: **Standard Test Method For Tensile Properties of Plastics**. West Conshohocken, 2008, 16p.

ASTM INTERNATIONAL D 4703 - 03: **Standard Practice for Compression Molding Thermoplastic Material into Test Specimens, Plaques or Sheets**. West Conshohocken, 2007, 12p.

BÁRÁNY, T. et al. **Application of the essential work of fracture (EWF) concept for polymers, related blends and composites: A review**. Progress in Polymer Science 35, p. 1257–1287, 2010.

BARROS, I. Q. **Introdução ao cálculo numérico**. São Paulo: Edgard Blucher, 1972.

BRASKEM. **Folha de Dados**. Revisão 6. Out. 2015. Disponível em: < <http://www.braskem.com.br/cms/Principal/produto/download?id=XoW8jPDISfw=&folhadados=true> >. Acesso em: Novembro 2017.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013. 817p.

CANEVAROLLO, S. V. Jr. **Ciência dos Polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 3ª ed. São Paulo: Artliber Editora, 2010. 280p.

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

CHING, E. et al. **Effect of strain rate on the fracture toughness of some ductile polymers using the Essential Work of Fracture (EWF) approach**. Polymer engineering and science. v. 40, n. 12. p. 2558 – 2568. Dez. 2010.

DEBLIECK, A. et al. **Failure mechanisms in polyolefines: The role of crazing, shear yielding and the entanglement network**. Polymer, v. 52, n.14, p. 2979 – 2990, jun. 2011.

DOWLING, N. E. **Mechanical behavior of materials – engineering methods for deformation, fracture, and fatigue**. New Jersey: Prentice-Hall, 2ª Ed., 1999, 830p.

FINOCCHIO, H. **Estudo da aplicação da técnica de Trabalho Essencial de Fratura (EWF) na análise da tenacidade à fratura de sistemas poliméricos**. 2013. 149f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.

HALARY, J. L; LAUPRÊTRE, F; MONNERIE, L. **Polymer Materials: macroscopic properties and molecular interpretations**. New York: Wiley & Sons, 2011.

METERS, M.A; CHAWLA, K.K. **Mechanical behavior of materials**. 2ª ed. New York: Cambridge University Press, 2009. 856p.

NEWMAN JR, J. C. **The merging of fatigue and fracture mechanics concepts: a historical perspective**. New York: Marcel Dekker, 2ª ed. 1994. 557p.

PEGORETTI, A; BERTOLDI, E; RICCO, T. **Plane stress fracture toughness of ductile polymeric films: effect of strain rate on the essential work of fracture parameters**. 6p. 2005. Disponível em: <<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/ICF/ICF11/paper/viewFile/10305/9674>>. Acesso em: Novembro 2017.

PERES, F. M. **Desenvolvimento de métodos alternativos para a avaliação da resistência à fratura por fluência de resinas de polietileno utilizadas para a extrusão de tubos de água**. 2005. 191f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

PERES, F. M; SCHÖN, C. G. **An alternative approach to the evaluation of the slow crack growth resistance of polyethylene resins used for water pipe extrusion**. Journal of Polymer Research, v.14, p.181 – 189, 2007.

PERES, F. M; TARPANI, J.R; SCHÖN, C.G. **An assessment of essential work of fracture testing method applied to medium density polyethylene (MDPE)**. Engineering Fracture Mechanics, 105, pp. 136 – 151, 2013.

VIVAS, V. **Influência da degradação ambiental no comportamento mecânico e balístico de compósitos produzidos com fibra de polietileno de ultra alto peso molecular**. 2013. 216f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2013.

WARD, I. M. **Review: the yield behavior of polymers**. Journal of Materials Science, 6, pp. 1397-1417, 1971.

WILLIAMS, J. G. **Introduction to elastic-plastic fracture mechanics**, in MOORE, D.R.; PAVAN, A.; WILLIAMS, J.G. (ed): **Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites**. Amsterdam: Elsevier,ESIS Publication 28, 2001b, p.119-122.

WILLIAMS, J. G; RINK, M. **The standardization of the EWF test**. Engineering Fracture Mechanics, 74, p. 1009-1017, 2007.

YAMAKAWA, R. S. **Uso do método do trabalho essencial de fratura (EWF) para avaliar a tenacidade de blendas poliméricas**. 2005. 166f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.

ZHOU, W. et al. **Plastic failure analysis and prevention**. William Andrew Publishing/Plastic Design Library, 400p. 2001.

APÊNDICE A – DADOS E RESULTADOS DOS ENSAIOS DO EWF

CP (n°)	Velocidade (mm/min)	Ligamento – l (mm)	A ₀ (l x espessura) (mm ²)	W _f (N.m)
1	100	14,00	35,00	3,1326
2	100	14,00	35,14	3,2529
3	10	14,00	33,18	5,5686
4	10	14,00	31,64	5,4789
5	1	14,00	35,42	5,7373
6	1	14,00	30,10	5,4378
7	0,5	14,00	29,82	4,4472
8	0,5	14,00	32,90	4,4699
9	0,5	12,00	28,20	3,6867
10	0,5	12,00	27,00	3,3572
11	1	12,00	29,52	3,7887
12	1	12,00	29,16	3,7461
13	10	12,00	28,08	3,1637
14	10	12,00	29,70	3,4399
15	100	12,00	25,68	2,2758
16	100	12,00	28,44	2,1229
17	100	10,08	24,60	1,8171
18	100	10,12	24,09	1,7145
19	10	9,86	24,16	2,3522
20	10	9,74	22,50	2,2545
21	1	9,81	20,50	2,5446
22	1	10,02	24,85	2,8059
23	0,5	10,00	23,10	3,3263
24	0,5	9,90	22,57	2,7447
25	100	8,18	18,32	1,1714
26	100	8,01	18,82	1,2526
27	10	7,98	19,15	1,7688
28	10	8,02	17,80	1,5431
29	1	7,89	19,02	1,8711
30	1	8,07	19,04	1,8717
31	0,5	7,85	18,06	1,9677
32	0,5	7,80	18,25	1,6159
33	100	6,16	15,28	0,7501
34	100	6,06	15,15	0,7251
35	10	6,14	14,86	1,0322
36	10	6,00	15,12	0,9505
37	1	6,04	15,04	1,1267
38	1	6,05	13,13	1,1172
39	0,5	6,10	14,33	1,1370
40	0,5	6,18	13,84	1,0383