

Regularização mecânica na dilatometria via Correlação de Imagens Digitais da sinterização do Politetrafluoretileno

Taissa de Barros Fregate, taissa.fregate@estudante.ufscar.br¹

Rodrigo Bresciani Canto, rbcanto@ufscar.br^{1,2}

Vinicius Fiocco Sciuti, vinicius.sciuti@ufscar.br^{1,2}

¹Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos

²Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos

Resumo. A Correlação de Imagens Digitais (CID), de abordagem global, aplicando uma malha de elementos finitos, foi utilizada para assistir às medidas de deformação de um Corpo de Provas (CDP) em Politetrafluoretileno (PTFE) durante sua sinterização. Utilizou-se um forno com janelas para proporcionar um experimento de dilatometria assistido por CID. Além disso, o CDP foi pintado com tinta resistente à alta temperatura para que a dispersão aleatória de tons de cinza, necessária para a aplicação da técnica, sofresse perdas mínimas durante o experimento. Devido à mudanças nos tons de cinza, não necessariamente causadas pela expansão do CDP, foi utilizada a regularização mecânica dos campos de deslocamento. Para isso, são penalizando deslocamentos que destoem do esperado para um comportamento linear-elástico para atender a correlação de níveis de cinza. A intensidade desta regularização é definida por seu comprimento, o que pode ser entendido como o espalhamento do deslocamento de um nó em nós contidos dentro deste comprimento. Neste trabalho são apresentadas as vantagens da aplicação de regularização mecânica, além de uma forma prática para escolher o comprimento de regularização que propicie redução no resíduo mecânico sem que haja aumento expressivo do resíduo de tons de cinza.

Palavras chave: Correlação de Imagens Digitais. Elementos Finitos. Politetrafluoretileno. Regularização Mecânica

Abstract. Digital Image Correlation (DIC), using a global approach with a finite element mesh, was employed to measure strain in a Polytetrafluoroethylene (PTFE) specimen during sintering in a furnace equipped with optical windows for DIC application. This resulted in a dilatometry test assisted by DIC. The specimen was speckled with high-temperature-resistant paint to provide the random contrast required by DIC. To address gray-level changes caused by specimen expansion and reduced opacity, mechanical regularization was applied to improve DIC convergence. This regularization acts as a penalty on displacements that deviate from those of a linear elastic material. The regularization intensity depends on the ratio between the regularization length and the element size. The benefits of mechanical regularization are shown and a practical procedure to select an optimal regularization length is presented by balancing the reduction in mechanical residuals against insignificant increases in gray-level residuals.

Keywords: Digital Image Correlation. Finite Element Method. Polytetrafluoroethylene. Mechanical Regularization

1. INTRODUÇÃO

O Politetrafluoretileno (PTFE) apresenta propriedades físicas e químicas distintas entre os polímeros, como alta temperatura de fusão e alta viscosidade no estado fundido, inviabilizando seu processamento por rotas típicas aplicadas a termoplásticos — como injeção ou extrusão — tornando a prensagem a frio seguida de sinterização sua via de processamento mais utilizada. Durante a sinterização, o PTFE apresenta uma expansão térmica de até 10% em cada direção ($\approx 30\%$ no volume). Essa expansão é originada de tensões causadas por mecanismos complexos de deformação induzidos pelos fenômenos físico-químicos de fusão e cristalização, fechamento de vazios e expansão ou contração térmica que dependem do processo utilizado na prensagem. Além disso, a escolha do processo de prensagem pode induzir um alinhamento preferencial das cadeias poliméricas perpendicular à direção de carregamento, gerando anisotropia no compacto verde (Canto *et al.*, 2011). Tais fatores podem prejudicar a fabricação de peças grandes e de geometrias complexas, o que justifica o desenvolvimento de metodologias para reproduzir o processamento deste material em *softwares* de simulação. Obter as informações sobre o coeficiente de expansão térmica do PTFE é parte da atividade complexa de criar esses modelos e a CID pode proporcionar identificação desse parâmetro e a obtenção de campos de deslocamento, em um único ensaio.

A técnica de Correlação de Imagens Digitais (CID) pode ser vantajosa para casos como esse, quando em comparação com dilatômetros convencionais, por possibilitar a medição da dilatação térmica em mais de uma direção simultaneamente, uma vez que possibilita determinar os campos de deformação a partir dos campos de deslocamento.

Esses campos são obtidos ao comparar imagens sucessivas de maneira que, ao realizar uma correção do posicionamento dos pixels, as imagens correspondam entre si (Hild and Roux, 2012). O princípio básico da técnica consiste na manutenção do fluxo óptico, o qual só deve ser alterado pela variação da posição dos pontos materiais do Corpo de Prova (CDP) fotografado e não por variações de níveis de cinza provenientes da iluminação, por exemplo. Assim, a correção do posicionamento dos pixels é suficiente para remontar a imagem de referência a partir de uma imagem deformada por ação de carregamentos mecânicos ou termomecânicos, como no presente trabalho.

Para isso, existem dois tipos de abordagem da CID, a abordagem local, em que sub-regiões da Região de Interesse (ROI, do inglês *Region Of Interest*) da imagem deformada varrem a imagem de referência até que a correlação cruzada destes sinais 2D (imagens) seja maximizada, dando nome à técnica (Sutton *et al.*, 2009). A outra abordagem, chamada global, consiste, dentre outras estratégias, na aplicação de uma malha de Elementos Finitos (EF) para discretizar a região de interesse da imagem, possibilitando a obtenção do deslocamento de cada pixel a partir dos deslocamentos dos nós desta malha.

Durante a aplicação da CID são comparadas: a imagem de referência (f), obtida em um estado de carregamento predecessor, e a imagem deformada (g), em que f e g são analisadas como matrizes contendo os tons de cinza dos pixels. Os deslocamentos nodais - na abordagem global - são interpolados, resultando nos deslocamentos dos pixels ($u(\mathbf{x})$). Essa relação está evidenciada na Eq. 1, em que $\mathbf{x}$ corresponde a posição dos pontos materiais, de maneira que $f(\mathbf{x})$ diz respeito a intensidade dos tons de cinza na imagem inicial.

$$f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + u(\mathbf{x})) \quad (1)$$

Essa reconstrução está sujeita a incertezas provenientes de alterações dos níveis de cinza, originadas pelas deformações. A diferença entre a imagem g corrigida ($g(\mathbf{x} + u(\mathbf{x}))$) e a de referência resulta em uma imagem de resíduos de níveis de cinza (φ_c), que caracterizam o erro da correlação. Na Eq. 2 é apresentada a maneira de se obter os níveis de cinza residuais:

$$\varphi_c(\mathbf{x}) = \sqrt{[g(\mathbf{x} + u(\mathbf{x})) - f(\mathbf{x})]^2} \quad (2)$$

O campo de deslocamento obtido pela análise deve minimizar a soma das diferenças quadradas do resíduo de correlação (Φ_c^2) na ROI (simbolizada por γ), ou seja, na área útil, como apresentado na Eq. 3:

$$\Phi_c^2 = \int_{\gamma} \varphi_c^2(\mathbf{x}) d\gamma \quad (3)$$

No entanto, essa minimização é não-linear e restrita por problemas mal-postos, os quais surgem da existência de vários pixels com mesmo nível de cinza. Para desfazer esta característica do problema, são utilizados elementos grandes, pois ao buscar correspondência entre grupos de pixels ao invés de cada um isoladamente, é adicionada unicidade, ou seja, a existência de grupos de pixels idênticos é muito menos provável que a existência de pixels idênticos isolados. Assim, quanto maior o tamanho de elemento, maior a quantidade de pixels (informação) e mais bem-posto se torna o problema. Porém, em muitos casos, desejam-se malhas refinadas com campos que representem regiões pequenas do CDP e assim, obter resultados mais detalhados sobre a deformação na face fotografada. Uma alternativa muito utilizada na CID de abordagem global é a aplicação de uma regularização mecânica, a qual restringe o espaço de soluções do sistema criado ao se usar uma malha de EF, melhorando significativamente a convergência da análise de CID (Tomičević *et al.*, 2013).

Para haver admissibilidade mecânica, as equações de equilíbrio são aplicadas impondo-se um regime elástico linear, de maneira que a matriz de rigidez ($[K]$) se relaciona com o vetor de forças nodais na malha de EF ($\{b\}$) através do vetor de deslocamento, como mostra a Eq. 4:

$$[K]\{u\} = \{b\} \quad (4)$$

Sob essas condições, se o deslocamento obtido não apresentar comportamento linear, serão originadas forças residuais $\{b_r\}$, como evidenciado na Eq. 5:

$$\{b_r\} = [K]\{u\} - \{b\} \quad (5)$$

De maneira análoga, se o campo de deslocamento não satisfaz o estado de equilíbrio, irá surgir um *gap* de equilíbrio, de forma que, calcular a soma das normas quadradas de todos os *gaps* de equilíbrio no interior dos nós, como mostra a Eq. 6, resultará o resíduo gerado pela diferença entre o esperado no comportamento linear-elástico e o valor obtido. Esse valor representa o que seria equivalente a um resíduo mecânico (Φ_m^2), e o método de regularização mecânica consiste em minimizá-lo.

$$\Phi_m^2 = \{u\}^t [K]^t [K] \{u\} \quad (6)$$

A regularização do *gap* de equilíbrio age como um filtro, suavizando flutuações nos campos de deslocamento que destoam da admissibilidade mecânica imposta. Essa suavização é diretamente proporcional a um comprimento de regularização mecânica, ℓ_m . Quanto maior for o valor de ℓ_m , menor será o resíduo mecânico, e a intensidade da regularização é determinada pela razão entre o comprimento de regularização e o tamanho do elemento. Assim, ℓ_m irá atuar como uma função-peso, indicando qual atributo da análise, redução dos resíduos dos níveis de cinza ou *gap* de equilíbrio, será predominante (Tomičević *et al.*, 2013).

2. METODOLOGIA

Para os experimentos de dilatométrica, foram manufaturados Corpos de Prova (CDP) por prensagem isostática a frio do material *pelletizado*, visando garantir expansão térmica igual em todas as direções. A prensagem foi realizada com etapas de aumento gradual de pressão, em 2, 10 e 35 MPa, e com intervalo de tempo para liberação do ar aprisionado entre os grânulos do material. Esse procedimento visa reduzir trincas originadas da liberação repentina do ar, o que pode diminuir a resistência mecânica do CDP (Gamboni *et al.*, 2016).

Para reduzir o efeito de gradiente térmico entre as faces e a parte interna, o CDP foi usinado nas dimensões de $65 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$, com uma área maior na base - em comparação com a área da seção transversal da região analisada - para permitir que o CDP ficasse apoiado no forno, como mostrado na Fig. 1. Além disso, foram realizadas perfurações na lateral do CDP para inserção de termopares, possibilitando o acompanhamento da temperatura durante o experimento.

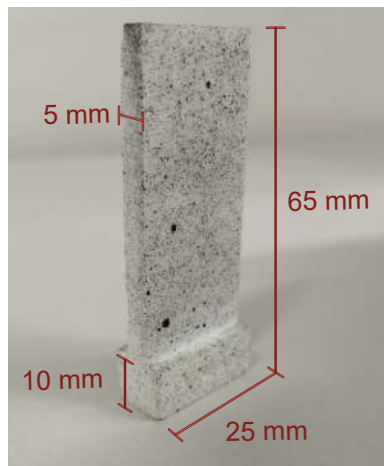


Figura 1: CDP utilizado nos experimentos e respectivas dimensões, com *mouchetis* aplicados.

Para aplicação da CID, o CDP foi submetido à pintura aleatória de tons de cinza, usualmente chamada de *mouchetis*, para que os pixels das imagens apresentassem maior intervalo de variação de tons de cinza, proporcionando melhor acompanhamento dos deslocamentos pela técnica. Para isso, foi utilizada uma tinta resistente à alta temperatura para evitar sua degradação durante a sinterização do PTFE.

O processo de sinterização foi realizado no F900 (Vargas *et al.*, 2024), um forno com janelas em duas laterais opostas, que possibilitam a captura de imagens em duas faces do CDP simultaneamente, como pode ser observado na Fig. 2. A programação do F900 foi baseada no trabalho realizado por Sciuti (2016). O experimento iniciou em temperatura ambiente, a qual foi elevada a $375 \text{ }^{\circ}\text{C}$, manteve-se um patamar de 120 minutos, e posteriormente retornou à temperatura ambiente. As taxas de aquecimento e resfriamento utilizadas foram de $0,3 \text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

As especificações do experimento relacionadas à obtenção das imagens, são apresentadas na Tab. 1.

Tabela 1: Parâmetros de *hardware* para dilatométrica assistida por CID

Parâmetro	Valor
Câmeras	Canon EOS 5Ds
Resolução	8688 x 5792 px
Amplitude dos níveis de cinza	2^{16}
Lentes	Macro 100 mm e Extensor 2x
Abertura	64
Escala da imagem	$\approx 50 \mu\text{m} \cdot \text{px}^{-1}$
Distância até o objeto	2,10 m
Exposição	0,6 s

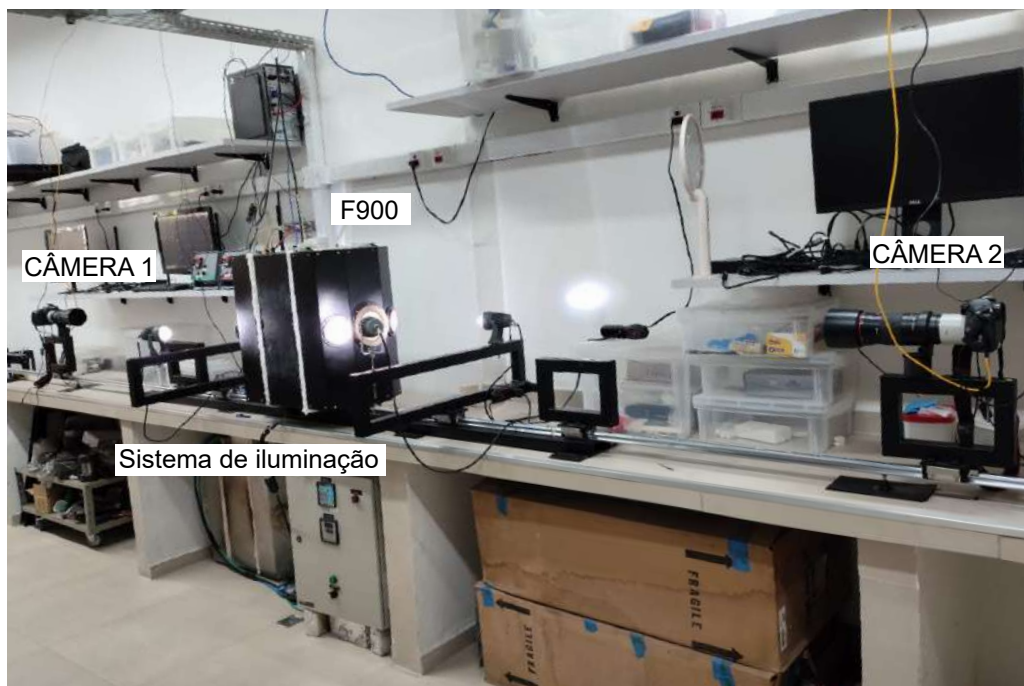


Figura 2: Aparato experimental mostrando as câmeras, o sistema de iluminação e o forno F900 (FAPESP #2020/08077-6)

Destaca-se que a disposição das câmeras - de mesmo modelo e configuração - foi de 2,10 m de distância do CDP, para minimizar o efeito de deformação óptica (ε) causada por deslocamento fora do plano. Essa deformação consiste na adição de uma parcela de deformação aparente originada pela conicidade do feixe de luz capturado pela lente, causando um efeito óptico de aumento do CDP ao se aproximar das câmeras durante a expansão térmica. A deformação fora do plano pode ser calculada pela razão entre o deslocamento fora do plano e a distância focal da imagem (Sutton *et al.*, 2008).

As análises de CID foram realizadas utilizando o *framework* Correli 3.2, desenvolvido no LMPS-Paris-Saclay, implementado no MatLabTM com uma malha de EF. Os parâmetros utilizados são apresentados na Tab. 2.

Tabela 2: Parâmetros para análise CID

Parâmetro	Valor
Software CID	Correli 3.2
Filtro de imagem	Bayer
Tamanho de elemento	≈ 100 px
Função de forma	Linear (T3)
Malha	Estruturada
Função de interpolação	Cúbica
Comprimento de regularização mecânica (ℓ_m)	2, 4 ou 16 x tamanho do elemento
Cálculo da deformação	Derivada das funções de forma

As imagens como registradas foram convertidas para matrizes utilizando o filtro Bayer, realizando médias a cada 2x2 pixels (Hild and Roux, 2012) e, em seguida, convertidas em níveis de cinza pela combinação dos canais vermelho, verde e azul (utilizando pesos diferentes para cada canal, aplicando 0,3 para o vermelho, 0,59 para o verde e 0,11 para o azul).

Os comprimentos de regularização mecânica (ℓ_m) foram escolhidos com base na relação entre os resíduos mecânicos e de tons de cinza. O gráfico desta relação é comumente conhecido por "curva L", como apresentado na Seção Resultados. As análises CID foram feitas com múltiplos (n) do tamanho de elemento de malhas com diferentes graus de refinamento, sendo que a mais refinada foi utilizada para avaliação do método. Para cada malha, foram realizadas análises de CID com oito imagens de mesmo intervalo de tempo entre si, obtidas no início do aquecimento.

Levado em conta a grande variação de volume do PTFE durante a sinterização, para que houvesse convergência das análises, foi utilizada uma estratégia chamada de *image update*, que consiste na atualização da imagem de referência, correlacionando pares consecutivos de imagens. Adicionalmente, durante as mudanças de fase, entre cristalino e amorfo, o material apresenta mudança de opacidade, passando de opaco para translúcido. Essa variação altera significativamente os níveis de tons de cinza do *mouchetis* e, para diminuir a interferência desse efeito na CID, foram utilizadas correções

de brilho e de contraste (BCC, do inglês *Brightness and Contrast Corrections*, ferramenta de implementação própria do Correli 3.2). Para comparação dos resultados obtidos, foram mantidos os mesmos parâmetros e estratégias de convergência entre as análises com as diferentes malhas, variando somente o comprimento de regularização mecânica em função de múltiplos tamanho de elemento.

Além disso, a incerteza do aparato experimental foi calculada considerando um grupo de 20 imagens iniciais, obtidas antes do início do aquecimento, e permutando a imagem de referência nesse conjunto, o que resultou em 180 resultados para cálculo do desvio padrão.

3. RESULTADOS

A maior incerteza calculada para as deformações principais foi de $3 \cdot 10^{-4}$. Realizando os cálculos para a deformação fora do plano - considerando a disposição das câmeras com relação ao CDP - foi obtido o valor de aproximadamente $2.4 \cdot 10^{-4}$, ou seja, da mesma ordem de grandeza que a incerteza do próprio sistema, o que a torna desprezível para as análises de deformação. Dessa forma, pode-se afirmar que a deformação obtida é oriunda da expansão térmica do PTFE, propriamente dita.

Para avaliar o efeito da regularização mecânica nas análises de correlação, foram utilizadas três malhas com diferentes tamanhos médios dos elementos: 171, 62 e 28 px, como mostrado na Fig. 3, em que é possível observar a face analisada e, na lateral esquerda, os termopares utilizados para monitoramento da temperatura na região interna do CDP.

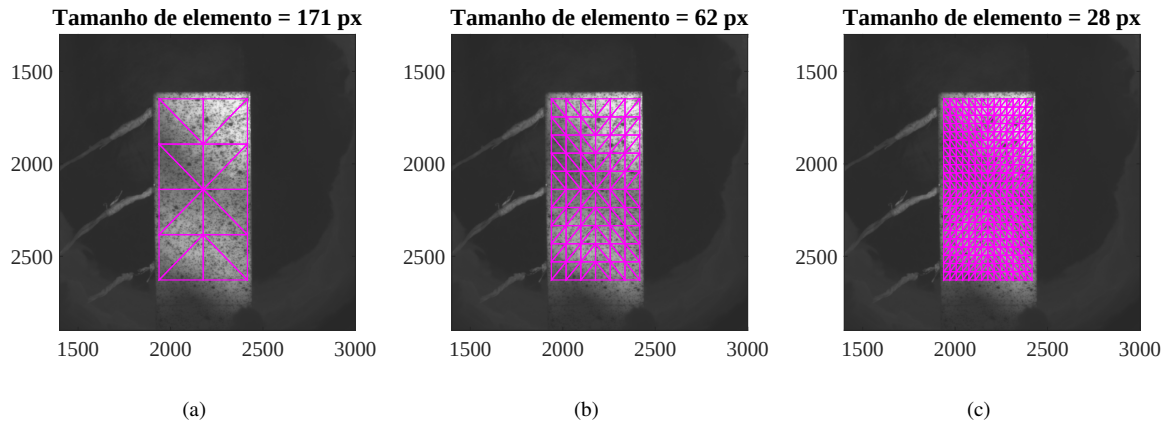


Figura 3: Malhas de Elementos Finitos utilizadas para aplicação da CID global, do menor para o maior grau de refinamento, respectivamente: (a), (b) e (c)

As curvas L foram obtidas para essas malhas a fim de observar o efeito do tamanho de elemento sobre o melhor comprimento de regularização (ℓ_m) encontrado. As curvas são apresentadas na Fig. 4, em que as escalas são distintas entre si, uma vez que foram utilizados diferentes tamanhos de elemento. Os resíduos mecânicos (Φ_m^2) de cada análise são apresentados em função dos resíduos dos níveis de cinza (Φ_c^2), ou seja, resíduos próprios da técnica de CID, possibilitando definir qual é o valor ideal para cada caso, em que se obtém os menores resíduos simultaneamente. Esse valor está indicado por uma seta em figura, mostrando o ponto posicionado mais à esquerda, na região inferior.

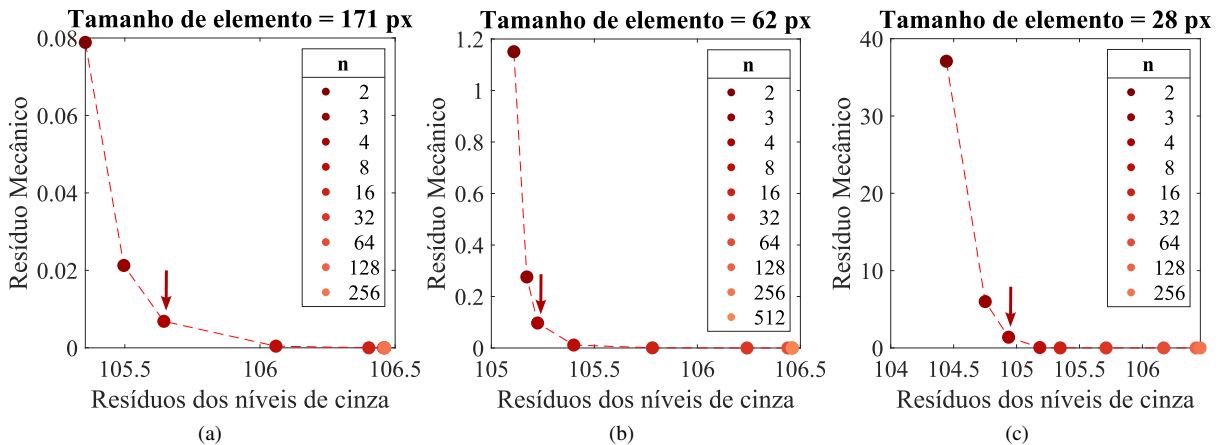


Figura 4: Curvas L de resíduo mecânico por resíduo dos níveis de cinza, com as malhas de menor a maior refinamento em sequência (a), (b) e (c)

É possível observar que essa condição foi melhor atingida para ℓ_m com $n = 4$, ou seja, para o comprimento de regularização igual a quatro vezes o tamanho de elemento. Esta coincidência de valores para as três malhas pode ser explicada por se tratar do mesmo *mouchetis* e mesmo aparato experimental. Porém, mais estudos precisam ser realizados para comprovar esta hipótese.

Com a malha mais refinada, de tamanho de elemento igual a 28 px, a CID foi aplicada utilizando tanto o melhor comprimento obtido da curva L ($n = 4$), como os comprimentos de $n = 2$ e $n = 16$. Essa malha foi escolhida por elementos pequenos causarem maior sensibilidade à regularização mecânica nos resultados, pois a quantidade de pixels, e consequentemente de informação, em cada elemento é menor que nas outras malhas.

Na Fig. 5 é apresentada a raiz do valor quadrático médio (RMS, do inglês *Root Mean Square*) do resíduo global, em que se nota claramente que para $n = 4$ o resíduo é inferior ao obtido com os demais comprimentos de regularização, confirmando o observado na Curva L.

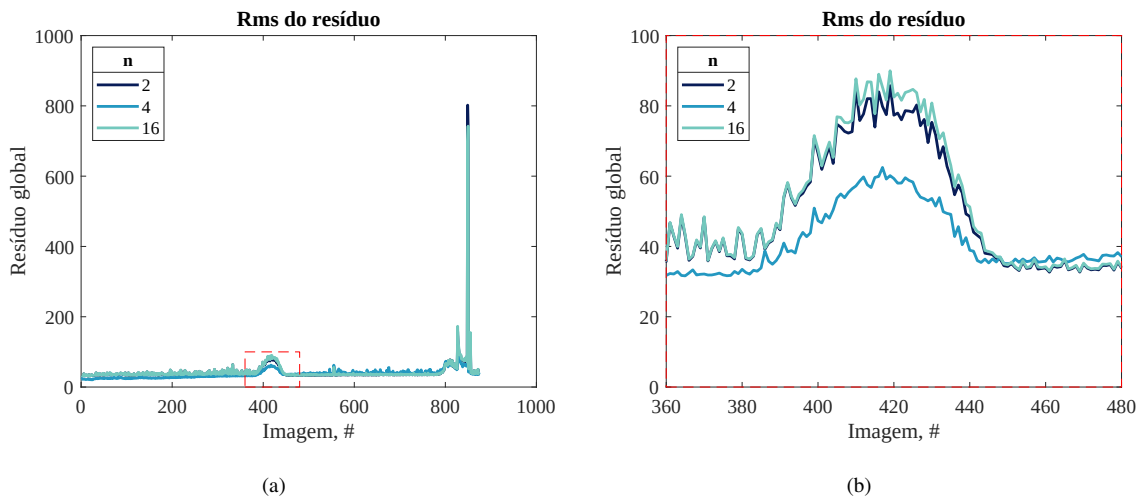


Figura 5: RMS dos resíduos globais por imagem para três comprimentos de regularização mecânica (2, 4 e 16 vezes o tamanho de elementos). (a) para todo o intervalo de imagens, (b) uma ampliação da região destacada.

Nota-se aumento de resíduo ao redor das imagem 380 e da 810, coincidindo com as etapas de fusão do PTFE e final do experimento. Este aumento na sensibilidade nessas etapas se deve à variação na opacidade do CDP, o qual altera o fluxo óptico. É notável que raio mais adequado obtido via curva L contribuiu de maneira significativa para a redução do RMS dos resíduos de níveis de cinza.

As imagens de resíduos de níveis de cinza, ou seja, a diferença entre as imagens f e $g(\mathbf{x} - u(\mathbf{x}))$, podem ser observadas na Fig. 6 para a imagem número 420 do experimento, sendo que, em cada análise, foi utilizado um dos três comprimentos de regularização mecânica que geraram os resultados para o RMS dos resíduos.

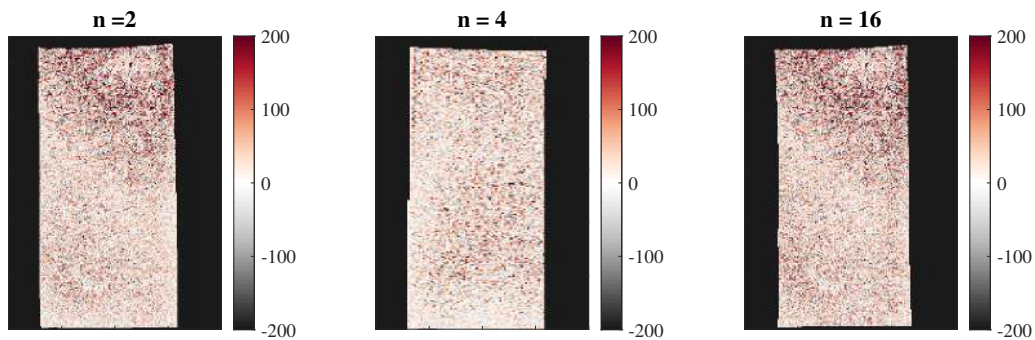


Figura 6: Imagem residual de número 420, para diferentes comprimentos de regularização mecânica

Ao comparar os três casos, pode-se observar que a escolha desse valor ($n = 4$) proporcionou redução e aparente uniformização dos valores de resíduos.

4. CONCLUSÕES

A Correlação de Imagens Digitais (CID) foi utilizada durante um experimento de sinterização do Politetrafluoretileno (PTFE). As peculiaridades desta aplicação, como grandes deformações e mudança de opacidade do material, justificaram

o uso da regularização mecânica, a qual impõe penalizações às soluções de campo de deslocamento encontrado, ou seja, deslocamento admissível para um suposto comportamento linear-elástico. A intensidade desta imposição contra a tradicional realocação dos pixels entre imagens deformada e de referência, depende da relação entre o comprimento de regularização mecânica e o tamanho de elementos da malha. Para definição deste comprimento de regularização foram traçadas curvas L, cuja inflexão indica o valor que proporciona a melhor redução do resíduo mecânico sem aumento considerável dos resíduos de níveis de cinza. A utilização do melhor comprimento identificado (com múltiplo $n = 4$ do tamanho de elemento) em análise CID gerou resultados melhores, como menor resíduo RMS e menor campo de resíduos que análises similares usando comprimentos adjacentes ($n = 2$ e $n = 16$), como indicado nas curvas L. Ressalta-se a necessidade de aplicar a mesma metodologia para a regularização e aplicação de correções de brilho e contraste capazes de minimizar o efeito de redução na opacidade do PTFE enquanto fundido.

5. AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Brasil. Processos #2024/05869-0 e #2020/08077-6.

6. REFERÊNCIAS

- Canto, R.B., Schmitt, N., Carvalho, J. and Billardon, R., 2011. “Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders”. *Polymer Engineering and Science*, Vol. 51, No. 11, pp. 2220–2235. doi:10.1002/pen.21994.
- Gamboni, O.C., Riul, C., Billardon, R., Bose Filho, W.W., Schmitt, N. and Canto, R.B., 2016. “On the formation of defects induced by air trapping during cold pressing of PTFE powder”. *Polymer*, Vol. 82, pp. 75–86. doi: 10.1016/j.polymer.2015.11.014.
- Hild, F. and Roux, S., 2012. *Digital Image Correlation*, Wiley-VCH, Weinheim (Germany), pp. 183–228.
- Sciuti, V.F., 2016. *Caracterização experimental e simulação computacional das deformações induzidas na fusão e cristalização do PTFE*. Master’s thesis, Universidade Federal de São Carlos - Brasil.
- Sutton, M.A., Orteu, J.J. and Schreier, H., 2009. *Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications*. Springer Science & Business Media.
- Sutton, M.A., Yan, J.H., Tiwari, V., Schreier, H. and Orteu, J.J., 2008. “The effect of out-of-plane motion on 2d and 3d digital image correlation measurements”. *Optics and Lasers in Engineering*, Vol. 46, No. 10, pp. 746–757.
- Tomičević, Z., Hild, F. and Roux, S., 2013. “Mechanics-aided digital image correlation”. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Vol. 48, No. 5, pp. 330–343.
- Vargas, R., Zago, I.Z., Sciuti, V.F., Furlan, M., Angélico, R.A., Hild, F. and Canto, R.B., 2024. “Multi-window setup for thermomechanical experiments assisted by dic up to 900°C”. *Materials Research*, Vol. 27, p. e20240072.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

As opiniões, hipóteses e conclusões ou recomendações expressas neste material são de responsabilidade dos autores e não necessariamente refletem a visão da FAPESP.