

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

André Fioravante de Oliveira

**DESENVOLVIMENTO E APLICAÇÃO DE MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS
PARA EXPERIMENTOS *IN-SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

Belo Horizonte

2019

André Fioravante de Oliveira

**DESENVOLVIMENTO E APLICAÇÃO DE MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS
PARA EXPERIMENTOS *IN-SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. –Ing. Pedro Paiva Brito

Co-orientadora: Prof. Dr. –Ing. Augusta Cerceau
Isaac

Belo Horizonte

2019

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

048d Oliveira, André Fioravante de
Desenvolvimento e aplicação de máquina universal de ensaios para experimentos *in-situ* utilizando radiação sincrotron /André Fioravante de Oliveira. Belo Horizonte, 2019.

75 f.: il.

Orientador: Pedro Paiva Brito

Coorientadora: Augusta Cerceau Isaac

Tese (Doutorado) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

1. Microtomografia por Raio-X. 2. Tomografia computadorizada por raios x. 3. Processamento de imagens. 4. Engenharia de materiais. 5. Fibras de vidro - Resistência. 6. Compósitos poliméricos - Fadiga. 7. Resistência de materiais. I. Brito, Pedro Paiva. II. Isaac, Augusta Cerceau. III. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 620.1

André Fioravante de Oliveira

**DESENVOLVIMENTO E APLICAÇÃO DE MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS
PARA EXPERIMENTOS *IN-SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Prof. Dr. –Ing. Pedro Paiva Brito (Orientador) – PUC Minas

Prof. Dr. –Ing. Augusta Cerceau Isaac Neta (Co-orientadora) – UFMG

Prof. Dr. Sara Silva Ferreira de Dafé (Banca Examinadora) – PUC Minas

Prof. Dr. Rodrigo Lambert Oréfice (Banca Examinadora) – UFMG

Prof. Dr. Marcelo Machado Viana (Banca Examinadora) – UFMG

Belo Horizonte, 2019

AGRADECIMENTOS

Agradeço à família, pelo apoio, suportando as ausências em determinados momentos. A todos os professores, pela dedicação e paciência durante todo o processo de instrução e transmissão de conhecimentos e experiências.

Um agradecimento especial aos professores Dr. Pedro Paiva Brito e Dr. Augusta Cerceau Isaac, cujas orientações foram imprescindíveis para a produção desse trabalho.

Principalmente a Deus por ter colocado todas essas pessoas em minha vida.

RESUMO

A natureza não-destrutiva da técnica de microtomografia de raios-X (MTX) associada a uma adequada resolução temporal, obtida com o uso de radiação policromática de alta energia proveniente dos anéis aceleradores de elétrons, permite a realização de investigações *in-situ* do processo de evolução dano com o carregamento na tração ou por fadiga em materiais compósitos. Tais investigações são propícias à elucidação dos mecanismos associados à evolução de dano, como, por exemplo, perda de coesão entre matriz e fibra, análise dos sítios de nucleação de trincas e suas trajetórias de propagação, entre outros. Nesse contexto, o desenvolvimento da instrumentação científica adequada à realização dos experimentos, bem como o domínio de sua tecnologia por parte dos grupos de pesquisa, é fundamental para garantir a confiabilidade dos resultados obtidos. No presente trabalho, foi desenvolvida uma máquina universal de ensaios miniaturizada para ser utilizada em experimentos de MTX *in-situ* utilizando luz síncrotron, com aplicação tecnológica inédita e inovadora. O equipamento desenvolvido é capaz de aplicar esforços uni-axiais de até 300 N, com 1 N de resolução e imprimir deslocamentos com resolução de 0,01 mm segundo taxas de deformação constantes. Em complementação, foi desenvolvido *software* de comunicação, controle e aquisição de dados. Para validação do equipamento desenvolvido, foram realizados ensaios de tração *in-situ* por MTX em compósitos de polipropileno reforçados com fibra de vidro com e sem revestimento de nano tubos de carbono no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) em Campinas (SP). Para análise dos dados, foram aplicadas técnicas de processamento de imagens empregadas aos sucessivos tomogramas para o monitoramento da evolução de trincas nos estágios iniciais do dano sofrido pelas amostras. Além disso, informações sobre as características geométricas dessas trincas, como tamanho, forma e orientação espacial em função do tempo de experimento, também foram obtidas. A partir deste trabalho, pretende-se disseminar o uso da técnica de MTX síncrotron e laboratorial para a caracterização avançada de materiais heterogêneos e opacos no Brasil.

Palavras-chave: Microtomografia de raios X, radiação síncrotron, evolução de dano, resistência à tração.

ABSTRACT

The non-destructive nature of X-ray microtomography (XCT) associated with its suitable temporal resolution, which is obtained with the use of high energy polychromatic radiation from electron acceleration rings, allows the realization of *in-situ* investigations of the damage evolution process during tensile or fatigue loading in composite materials. These investigations are propitious to the elucidation of damage evolution mechanisms such as loss of cohesion between fiber and matrix, analysis of crack initiation sites and their propagation trajectories, among others. In this context, the development of adequate scientific instrumentation as well as the understanding of the corresponding technology by research groups is paramount to guarantee reliability of the obtained results. In the present work, a miniaturized universal testing machine (tensile, compression and fatigue) was developed to be applied in *in-situ* XCT experiments using synchrotron radiation with innovative technology. The equipment has a uni-axial load capacity of up to 300 N with 1 N resolution and is able to impose 0.01 mm resolution displacements following controlled deformation rates. In addition, software was developed for communication, control and data acquisition. In order to validate the developed equipment, *in-situ* XCT tensile tests were performed in glass fiber reinforced polypropylene matrix composites at the *Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS)* in Campinas (SP, Brazil). Data analysis was performed by applying image processing techniques to successive tomograms in order to monitor crack propagation in the initial stages of damage evolution. As a result, information regarding the geometry of the cracks, such as size, shape and spatial orientation as a function of time could be obtained. It is expected that this work may contribute to the dissemination of synchrotron and laboratory XCT for the advanced characterization of heterogeneous and opaque materials in Brazil.

Keywords: X-ray microtomography, synchrotron radiation, damage evolution, tensile strength.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Imagens de trinca por fadiga no interior de uma liga de Al fundida: (a) renderização 3D da superfície da trinca depois de 270.000 ciclos de fadiga; (b) 285.000 ciclos e (c) seção transversal reconstruída.	15
Figura 2 – Representação esquemática do ensaio de tração: (a) corpo-de-prova e (b) diagramas tensão-deformação típicos para compósitos poliméricos.....	20
Figura 3 – Influência do comprimento inicial do corpo-de-prova utilizado na avaliação das propriedades mecânicas de uma liga de titânio (Ti-6Al-4V)	22
Figura 4 – Correção de efeito de escala devido à rugosidade superficial: (a) representação esquemática da influência da rugosidade na área efetiva e (b) resultado a aplicação da correção no diagrama tensão-deformação do material testado (CP: corpo-de-prova)	23
Figura 5 - Princípios de tomografia e ilustração do Teorema da Fatia Central de Fourier	25
Figura 6 – Ilustração do algoritmo de retroprojeção	27
Figura 7 – Estudo do estado de tensões na ponta de uma trinca de comprimento $2a$ localizada no interior de um sólido semi-infinito	29
Figura 8 – Algumas das variedades de trincas em compósitos poliméricos	30
Figura 9 – Diagrama de blocos do sistema de controle e acionamento do equipamento desenvolvido, além do sistema de medição de carga.	33
Figura 10 – Curva de calibração relacionado a carga e o valor obtido no conversor analógico-digital do sistema de aquisição de dados	35
Figura 11– Ilustração da tela principal do software de integração desenvolvido.....	36
Figura 12 – Ilustração da máquina de ensaios desenvolvida para ensaios MTX <i>in-situ</i> nas configurações com tubo vazado (a) e com tubo de carbono vítreo (b).....	37
Figura 13 – Representação da máquina desenvolvida, com identificação de suas principais dimensões	38
Figura 14 - Ilustração da máquina de ensaios desenvolvida para ensaios MTX <i>in-situ</i>	39
Figura 15 – Montagem experimental realizada na estação IMX: (a) registro fotográfico da utilização do equipamento desenvolvido e (b) representação esquemática da máquina.....	42
Figura 16 - Cortes de volumes de reconstruções tomográficas revelando as cavidades (voxels “escuros”), em seu estágio inicial e em diferentes estágios de fluência. Legenda: <i>initial state</i> (estágio inicial), <i>tension, extrusion direction</i> (direção de tração, extrusão).....	43
Figura 17 – Diagramas força-deslocamento obtidas em amostras de cobre eletrolítico miniaturizadas sem recozimento	45

Figura 18 – Comparação do comportamento tensão-deformação registrado em amostras equipamento convencional e miniaturizado sem recozimento	46
Figura 19 – Resultados de ensaios de tração realizados em corpos-de-prova tamanho padrão e miniaturizados com recozimento: (a) diagramas tensão-deformação de engenharia e (b) obtenção do coeficiente de encruamento.....	48
Figura 20 - Resultados obtidos dos ensaios de tração realizados <i>in-situ</i> na amostra NC2: (a) diagrama força-deslocamento e (b) diagrama tensão-deformação	48
Figura 21 – Diagramas tensão deformação obtidos durante ensaios MTX-S <i>in-situ</i> realizados na estação experimental IMX do LNLS	50
Figura 22 – Comparação das curvas médias tensão-deformação obtidos durante ensaios MTX-S <i>in-situ</i> realizados na estação experimental IMX do LNLS	51
Figura 23 – Comparação da relaxação das tensões durante durante ensaios MTX-S <i>in-situ</i> realizados na estação experimental IMX do LNLS.....	52
Figura 24 – Imagens obtidas por MEV da superfície fraturada nas amostras FV4 (a, b, c) e NC4 (d, e, f) após a realização de ensaios de tração <i>in situ</i>	54
Figura 25 – Visualização da superfície de fratura na amostra NC2, região da interface fibra/matriz: delaminação e arrancamento das fibras (a), fibras aderidas à matriz após a fratura (b) e mecanismo de propagação de trinca (c) (GREENHALGH, 2009).....	55
Figura 26 – Desenvolvimento de trincas monitorado por MTX <i>in situ</i> durante carregamento incremental em compósito não tratado (FV4). Trincas representadas em amarelo.....	56
Figura 27 – Vistas ortogonais obtidas por MTX <i>in situ</i> do compósito não tratado (amostra FV4) para níveis crescentes de deformação: condição inicial (a-c), deformação de 5,6% (d-f) e deformação de 6,7% (g-i).....	58
Figura 28 – Representação do fenômeno de ponteamteio de trinca (<i>crack bridging</i>) por meio de ligamentos ou fibras que se deformam plasticamente no rastro da trinca.	59
Figura 29 - Desenvolvimento de trincas monitorado por MTX <i>in situ</i> durante carregamento incremental em compósito tratado com NTC (amostra NC4). Trincas representadas em amarelo.	59
Figura 30 - Vistas ortogonais obtidas por MTX <i>in situ</i> do compósito não tratado (amostra NC4) para níveis crescentes de deformação: condição inicial (a-c), deformação de 6,3% (d-f) e deformação de 9,4% (g-i).....	60
Figura 31 – Comparação entre os mecanismos de acúmulo de dano em compósitos não tratados (a) e tratados com NTC (b), nos níveis de deformação de 6,7% e 6,3%,	

respectivamente. Legenda: *Extensive delamination* (delaminação intensa), *Crack bridging* (ponteamto de trinca), *crazing* (formação de fissuras), *crack* (trinca)..... 61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Identificação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de MTX-S <i>in-situ</i>	41
Tabela 2 – Síntese dos resultados dos ensaios de tração realizados <i>in-situ</i> durante ensaios MTX-S <i>in-situ</i> realizados na estação experimental IMX do LNLS	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

2D - Bidimensional

3D – Tridimensional

ASTM – American Society for Testing of Materials

IMX – *Imaging Microtomography*

LE – Limite de Escoamento

LRT – Limite de Resistência à Tração

LNLS – Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

MTX – Microtomografia de Raios-X

MTX-S – Microtomografia de Raios-X Síncrotron

NTC – Nanotubos de Carbono

LISTA DE SÍMBOLOS

a – Metade do comprimento de trinca (m)

β – Índice de absorção

γ – Densidade de energia de superfície (J/m²)

δ – Decremento do índice de refração

E – Módulo de elasticidade (GPa)

ε – Deformação

ε_T – Deformação de transição

K – Fator de concentração de tensões

l_0 – Comprimento inicial (m)

Δl – Deslocamento (m)

F – Força (N)

n – Índice de refração

N_p - Número de pixels

R_Z – Rugosidade Superficial (μm)

R_ω – Imagem de uma projeção bidimensional

s_p - tamanho do pixel

σ – Tensão (Pa)

σ_T – Tensão de Transição (Pa)

x, y, z – Coordenadas espaciais (m)

ω – Posição angular

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
1.1 Objetivo geral	16
1.2 Objetivos específicos	17
1.3 Escopo do trabalho	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 Ensaio de tração em amostras miniaturizadas	19
2.2 Princípios de tomografia de raios-X.....	24
2.3 Dano em compósitos poliméricos.....	28
3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	33
3.1 Desenvolvimento do aparato para ensaios <i>in-situ</i>	33
3.2 Procedimentos experimentais	40
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
4.1 Testes preliminares	45
4.2 Comportamento mecânico dos materiais compósitos	48
4.3 Avaliação das superfícies de fratura.....	52
4.3 Visualização da evolução do dano.....	56
5 CONCLUSÕES	63
6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	65
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

1 INTRODUÇÃO

Em diversos setores industriais, com destaque para as empresas de manufatura ligadas do segmento de transporte automobilístico e aeronáutico, é observada crescente demanda por materiais de elevada resistência mecânica e baixa densidade, com o objetivo de se alcançar redução das emissões de CO₂, elevação do desempenho termodinâmico dos produtos fabricados e, conseqüentemente, sua eficiência econômica. Com efeito, estima-se que uma redução de 10% no peso corresponde a uma diminuição no consumo de combustível de 6,9% para carros, 7,6% para caminhões leves e entre 2,5 e 7,5% para aeronaves (JOOST, 2012; BABIKIAN *et al.*, 2002). Na procura pela redução de peso estrutural, engenheiros e pesquisadores têm voltado sua atenção para o desenvolvimento de materiais leves como, por exemplo, ligas metálicas de alumínio e magnésio além de materiais não metálicos. No caso desses últimos, os materiais compósitos de matriz polimérica permitiriam reduções de peso mais significativas em comparação com aquelas obtidas com emprego de ligas metálicas de baixa densidade, com destaque para os materiais reforçados por nanoestruturas, como os NanoTubos de Carbono (NTC) (GOJNY *et al.*, 2004).

A especificação eficiente e segura de materiais novos em aplicações críticas requer o aprofundamento do conhecimento dos mecanismos de evolução de dano a que estão sujeitos em função do tipo e condições gerais dos carregamentos impostos, já que as demandas da indústria moderna impõem, frequentemente, o aperfeiçoamento do projeto de componentes mecânicos ou elementos estruturais, ocasionando aumento das tensões de trabalho e redução dos fatores de segurança. Nesse contexto, é válido ressaltar que o comportamento de materiais compósitos, sobretudo os que possuem matriz de baixa ductilidade, apresenta diferenças significativas em relação ao observado em ligas metálicas, cujos mecanismos de evolução de dano em condições de carregamento estático e dinâmico são, ademais, relativamente bem conhecidos para os materiais de uso geral. Isso ocorre, entre outros fatores, porque em alguns materiais compósitos de matriz polimérica pode haver degradação das propriedades elásticas com o acúmulo de trincas ou cavidades internas, as quais podem surgir com tensões baixas em comparação com o limite de resistência à tração do material (MATZENMILLER *et al.*, 1994; WANG *et al.*, 2015). Além disso, as propriedades mecânicas de materiais compósitos são fortemente influenciadas pelo grau de interação entre a matriz e a fase dispersa (KARGER-KOCSIS *et al.*, 2015). Níveis elevados de adesão na interface matriz/fibra são importantes para garantir a transferência de tensões através das fases envolvidas, bem como

para restringir o dano devido a ação de agentes do meio, por exemplo, pela acumulação de água nas regiões interfaciais (ORÉFICE *et al.*, 2010).

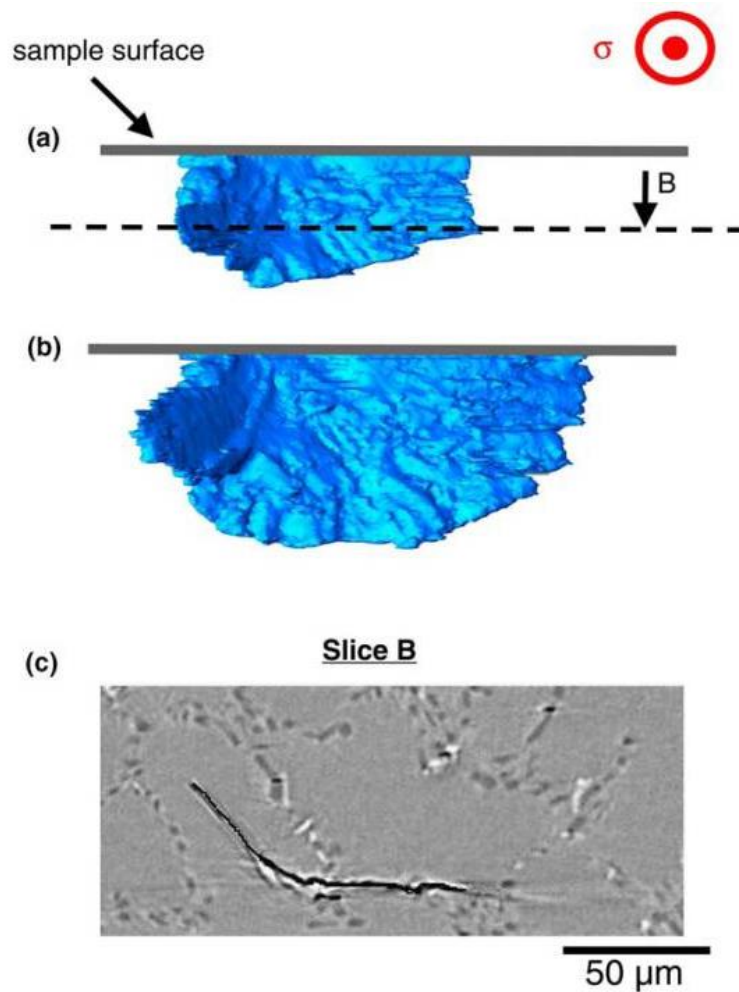
Recentemente, a microtomografia de raios-X (MTX) surgiu como uma ferramenta importante para a caracterização de materiais estruturais, uma vez que permite a visualização tridimensional (3D) da microestrutura de amostras heterogêneas e opacas, em um período relativamente curto de tempo dependendo da fonte de raios-X empregada. A natureza não-destrutiva dessa técnica tem possibilitado o estudo da microestrutura de materiais em tempo real sob condições adversas, como por exemplo, em função do tempo a que uma amostra encontra-se submetida à determinada temperatura e a cargas aplicadas externamente (ISAAC *et al.*, 2011; DZIECIOL *et al.*, 2011, SKET *et al.*, 2010). Destacam-se entre os exemplos de aplicação da técnica de MTX para acompanhamento *in-situ* (ou seja, durante o exame por MTX) da evolução de dano os trabalhos desenvolvidos por Pyszalla *et al.* (2005) e Isaac *et al.* (2008^a, 2008^b, 2009), a partir dos quais foi possível monitorar o crescimento individual de cavidades e trincas, em cobre puro e suas ligas, durante a fluência. A partir desses resultados foi possível verificar, pela primeira vez, uma significativa discrepância entre as taxas de crescimento de cavidades obtidas experimentalmente e as taxas previstas por modelos teóricos.

Como exemplo de aplicação da técnica de MTX, apresentam-se, na Figura 1, imagens reconstruídas de uma pequena trinca por fadiga localizada no interior de uma liga fundida de alumínio (LUDWIG *et al.*, 2003). Na Figura 1(a) é apresentada a renderização 3D da superfície da trinca ao longo da direção de aplicação de carga após 270.000 ciclos, na Figura 1(b) depois de 285.000 ciclos e na Figura 1(c) a seção transversal reconstruída (ao longo de B, como indicada em (a)) mostrando o acentuado desvio da direção da trinca (em preto) induzido pelos contornos de grãos (não visíveis diretamente na imagem). Nesse trabalho (LUDWIG *et al.*, 2003), a amostra foi solicitada *in-situ* à temperatura ambiente e sucessivos volumes de tomografia foram registrados após a aplicação de milhares de ciclos de fadiga. A análise de várias imagens 3D revelou que o crescimento de pequenas trincas de fadiga é influenciado pela microestrutura, a qual induz – no caso estudado – propagação irregular da frente da trinca.

Os experimentos para acompanhamento da evolução do dano *in-situ* requerem a presença de fontes de raios-X suficientemente brilhantes (com elevado fluxo de fótons) que permitam a geração de imagens de tomografia em tempo reduzido para que os registros obtidos, quando reconstruídos, sejam reflexos da microestrutura do material analisado para a mesma referência temporal adotada para o registro da aplicação de carga. Além disso, para a

que haja resolução na detecção de defeitos na escala micrométrica, é necessária elevada resolução ótica do feixe de radiação utilizado. Esses requisitos impõem, frequentemente, o emprego de raios-X obtidos por radiação síncrotron, a qual é disponível em centros especializados que apresentam elevada demanda de utilização por parte da comunidade científica (MAIRE *et al.*, 2001).

Figura 1 - Imagens de trinca por fadiga no interior de uma liga de Al fundida: (a) renderização 3D da superfície da trinca depois de 270.000 ciclos de fadiga; (b) 285.000 ciclos e (c) seção transversal reconstruída.



Fonte: LUDWIG *et al.*, 2003.

Apesar de já existirem trabalhos disponíveis na literatura baseados na aplicação da técnica de MTX para a caracterização do dano microestrutural em materiais metálicos em geral ou mesmo ligas metálicas avançadas, *e.g.* (TRIEIRA *et al.*, 2011; BUGELNIG *et al.*, 2018), estudos *in-situ* sobre a nucleação e a propagação de cavidades e/ou trincas em materiais compósitos avançados são comparativamente escassos. Em parte, isso se deve à

ausência de instrumentação científica apropriada (ou acessível) que permita as condições para a realização de tais estudos avançados. Baseando-se nessa premissa, buscou-se no presente trabalho o desenvolvimento e aplicação de um dispositivo para permitir a realização de ensaios de MTX utilizando radiação síncrotron (MTX-S), a partir das características da linha de luz de microtomografia de raios-X (IMX)¹ do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS, localizado em Campinas-SP). A compatibilidade com centros experimentais específicos é importante porque, embora portátil e de uso teoricamente geral, o equipamento desenvolvido deve ser capaz de posicionar a amostra a ser estudada em relação à linha de emissão do feixe de radiação a ser utilizada. Como, atualmente, o LNLS é a única fonte de radiação síncrotron em território brasileiro, os requisitos próprios do laboratório tiveram que ser levados em consideração na execução do presente trabalho. Para tanto, foi desenvolvido uma máquina capaz de realizar ensaios de tração, compressão e fadiga em amostras miniaturizadas, dotada de atuador linear piezoelétrico – característica inédita e inovadora do projeto realizado. O equipamento desenvolvido é capaz de aplicar esforços uni-axiais de até 300 N com 1 N de resolução e imprimir deslocamentos com resolução de 0,01 mm, segundo taxas controladas. Além do equipamento em si, foi desenvolvido um *software* para controle e aquisição de dados. Para validação do instrumento desenvolvido, foram realizados ensaios de tração para o acompanhamento *in-situ* da evolução do dano em compósitos de matriz polimérica reforçados por fibra de vidro com e sem revestimento de nanotubos de carbono.

1.1 Objetivo geral

O objetivo principal deste trabalho é o desenvolvimento de uma máquina universal de ensaios miniaturizada que possa ser utilizada para avaliação do comportamento mecânico de materiais por meio de experimentos realizados com acompanhamento *in-situ* de MTX-S. Como resultado, serão exploradas as informações 3D do dano em materiais estruturais leves durante ensaios de tração, obtidas por meio da técnica de MTX-S. Como objetivo secundário se almeja a utilização de técnicas de processamento de imagens para obter informações quantitativas da evolução das cavidades e/ou trincas a partir dos tomogramas, fornecendo assim, dados experimentais para a validação e/ou desenvolvimento de modelos de propagação de cavidades e/ou trincas.

¹ <http://www.lnls.cnpem.br/linhas-de-luz/imx/overview/>

1.2 Objetivos específicos

- i. Construção de uma máquina miniaturizada de tração com atuador linear piezoelétrico com correspondente software de comunicação e aquisição de dados.
- ii. Realização de experimentos *in-situ* de tração utilizando MTX-S, nos anéis aceleradores de partículas no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS (Campinas/SP) em compósitos de matriz polimérica (polipropileno) reforçados fibra de vidro com e sem revestimento de nano tubos de carbono.
- iii. Utilizar ferramentas de processamento de imagens para obter informações quantitativas sobre o crescimento de cavidades e/ou trincas durante o carregamento na tração, tais como as características físicas (tamanho, forma, orientação espacial) e as taxas de crescimento de cavidades e/ou trincas individuais.
- iv. Descrever qualitativamente os mecanismos de evolução de dano presentes em compósitos de matriz polimérica (polipropileno) reforçados fibra de vidro com e sem revestimento de nano tubos de carbono.

1.3 Escopo do trabalho

O presente trabalho possui como foco principal o desenvolvimento de equipamento para a realização de ensaios mecânicos em corpos-de-prova miniaturizados, contemplando a instrumentação e *software* necessários para alcançar essa finalidade. Como forma de validação do equipamento construído e da metodologia de investigação proposta para a sua utilização, foram realizados testes do equipamento nas condições em que este foi projetado para operar sendo possível, com isso, obter informações acerca do comportamento mecânico e mecanismos de evolução do dano em materiais compósitos de matriz polimérica reforçados com fibra de vidro. Entretanto, o processo de síntese desses materiais, a investigação em profundidade dos mecanismos de dano presentes em condições de carregamento uni-axial, associada com o levantamento de modelos quantitativos de evolução do dano e/ou correlacionada à caracterização de microestrutura dos materiais testados, não são ora apresentados como objetivos diretos do trabalho proposto. Dessa forma, para o atual estágio de desenvolvimento da pesquisa, esses aprofundamentos são considerados propostas de

trabalhos futuros e removidos, portanto, do escopo desta investigação. Apesar disso, ressalta-se além do caráter de inovação tecnológica deste trabalho, o avanço no conhecimento científico a ser obtido já que, mesmo do ponto de vista qualitativo, há questões relativas à evolução e acúmulo de dano em compósitos de matriz polimérica que carecem de elucidação, tais como: interação entre fibras e defeitos (poros e/ou trincas), fenômenos de delaminação de fibras, entre outros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados os conceitos teóricos relacionados ao desenvolvimento deste trabalho e, oportunamente, os trabalhos recentes desenvolvidos no mesmo tema. Primeiro, é feita uma breve descrição do ensaio de tração (item 2.1), principal teste empregado nesta pesquisa para avaliação do comportamento mecânico dos materiais estudados e, em seguida, uma revisão da literatura acerca do desenvolvimento desse ensaio em corpos-de-prova miniaturizados. Posteriormente, são apresentados os conceitos básicos necessários para a compreensão da técnica de MTX (item 2.2), seguidos de uma discussão acerca do processo de evolução de dano em materiais poliméricos (item 2.3).

2.1 Ensaio de tração em amostras miniaturizadas

O ensaio de tração é um dos principais testes empregados para o levantamento das propriedades mecânicas de materiais em geral. Descrições detalhadas do ensaio podem ser encontradas na literatura (MENDELSON, 1968; MEYERS e CHAWLA, 1982; DIETER, 1988) e em normas técnicas editadas, por exemplo, para materiais metálicos em geral (ASTM E8/E8M, 2016) e para compósitos de matriz polimérica (ASTM D3039/D3039M, 2017). O ensaio consiste basicamente na aplicação de um esforço de tração uni-axial ao longo do eixo principal de um corpo-de-prova, que pode apresentar forma maciça (barra circular, ou retangular, por exemplo) ou tubular. As principais dimensões de um corpo-de-prova típico são apresentadas na Figura 2(a). A carga aplicada (F) é monitorada durante o ensaio, sendo elevada lentamente, em geral até a ruptura do material. O alongamento (Δl) correspondente também é monitorado. A partir dos valores registrados, é possível obter valores de tensão (σ) e deformação (ε), levando ao diagrama tensão-deformação, cuja forma geral é apresentada na Figura 2(b)².

Para o caso de testes realizados em materiais compósitos de matriz polimérica, a norma ASTM D3039/D3039M informa os procedimentos para determinação das seguintes propriedades mecânicas do material, a partir de seu diagrama tensão-deformação (ASTM, 2017):

- Limite de Resistência à Tração (LRT) (*Tensile Strength*) e a deformação correspondente (*Tensile Strain*): O LRT é proporcional (em casos gerais) à dureza do material

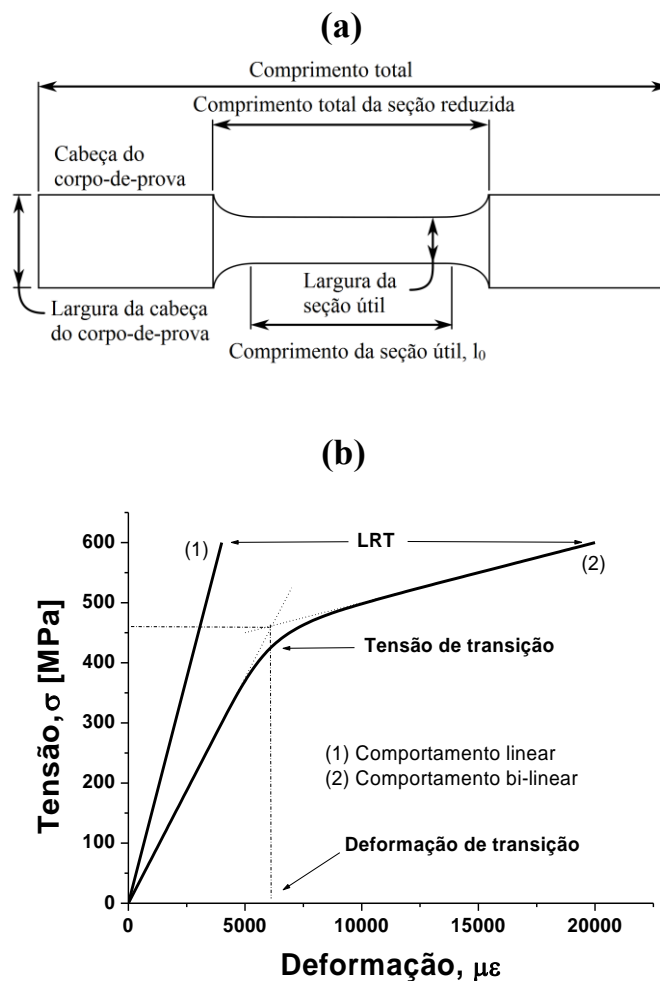
²A tensão é obtida por meio de $\sigma = F/A_0$ enquanto a deformação é obtida de $\varepsilon = \Delta l/l_0$ onde A_0 e l_0 são, respectivamente, a área inicial da seção útil do corpo-de-prova e o comprimento da seção útil do corpo-de-prova.

e indica a máxima tensão atingida durante o ensaio antes da ruptura. É determinado pelo quociente entre a carga máxima aplicada durante o ensaio e a área inicial da seção transversal do corpo-de-prova;

- Tensão de transição (σ_t , *Transition Stress*) e deformação de transição (ϵ_t , *Transition Strain*): em materiais que exibem comportamento classificado como bi-linear, o ponto de transição é definido pelo intercepto definido pela extrapolação das regiões lineares do diagrama, conforme representado esquematicamente na Figura 2(b).

Observa-se que, pelas características específicas dos compósitos poliméricos, não é dada ênfase à determinação do Limite de Escoamento (LE), identificado na Figura 2(b), como feito convencionalmente em testes envolvendo materiais metálicos (ASTM, 2017).

Figura 2 – Representação esquemática do ensaio de tração: (a) corpo-de-prova e (b) diagramas tensão-deformação típicos para compósitos poliméricos



Fonte: Adaptação de ASTM 3039 (2017)

Embora haja distintas possibilidades para o dimensionamento dos corpos-de-prova empregados em ensaios de tração convencionais, em diversas ocasiões é necessário ou conveniente utilizar amostras subdimensionadas ou miniaturizadas em relação aos valores recomendados em normas técnicas³. Exemplos de aplicações envolvendo corpos-de-prova miniaturizados compreendem:

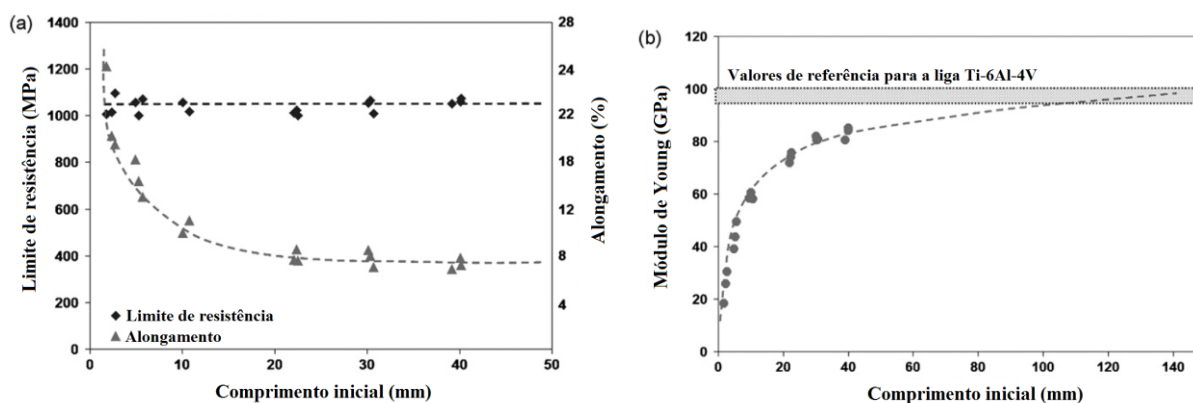
- Estudo de propriedades mecânicas locais, como em revestimentos metálicos (GÄRTNER *et al.*, 2006) ou juntas soldadas com zona fundida de volume reduzido (DOBI e JUNGHANS, 1999; PAKDIL *et al.*, 2011);
- Amostras retiradas de componentes em serviço para acompanhamento do dano e estimativa de vida útil (LUCAS, 1990; KUMAR *et al.*, 2017);
- Avaliação da resistência de adesivos utilizados em aplicações odontológicas (CARDOSO *et al.*, 1998);
- Situações que envolvem o desenvolvimento de novos materiais, nas quais se dispõe de somente pequenos volumes para geração de amostras e testes (KUMAR, *et al.*, 2014).

Por essas razões, vários grupos de pesquisa tem se dedicado ao desenvolvimento do *hardware* e instrumentação necessária para a execução de ensaios de tração em corpos-de-prova miniaturizados, levando-se em consideração (além das razões acima) a possibilidade de realização dos testes *in-situ*, ou seja, com acompanhamento do comportamento do material com o emprego de técnicas não destrutivas (BÖHM *et al.*, 2004; GEANDIER *et al.*, 2010; HABOUB, 2014). A utilização de corpos-de-prova miniaturizados deve, contudo, ser feita de forma cuidadosa, uma vez que a redução de escala produz efeitos na avaliação do comportamento mecânico do material testado pela redução da razão entre o tamanho de eventuais defeitos presentes no material e as suas dimensões. De acordo com Sergueeva *et al.* (2009), tal influência se deve a vários fatores relacionados às características da microestrutura do material (tamanho de grão, anisotropia, heterogeneidades, etc), efeitos de superfície (como o nível de acabamento) e tensões residuais. Os autores (SERGUEEVA, *et al.*, 2009) demonstraram que para amostras policristalinas de Ti-6Al-4V e amorfas de Fe, o módulo de Young e a ductilidade (avaliada em função do alongamento máximo) foram influenciados pelo comprimento da área útil do corpo-de-prova, sendo os valores de ambas as propriedades subestimadas para menores valores de l_0 , enquanto os valores obtidos para o LRT revelaram-

³Por exemplo: a norma ASTM 3039 (ASTM, 2017) recomenda corpo-de-prova com comprimento total entre 175 e 250 mm para compósitos de matriz polimérica enquanto a norma ASTM E8 (ASTM, 2016) recomenda para materiais metálicos corpos-de-prova (de seção circular) com comprimento da seção útil de pelo menos 20 mm.

se independentes do tamanho do corpo-de-prova utilizado, conforme ilustrado na Figura 3(a) e (b). É interessante notar que não houve variação significativa na dispersão de resultados relacionados ao LRT em função das dimensões do corpo-de-prova utilizado. Por outro lado, Kashaev *et al.*, (2014) trabalhando com a mesma liga Ti-6Al-4V relataram comportamento diverso, qual seja, elevação da ductilidade obtida a partir de corpos-de-prova miniaturizados em relação aos corpos-de-prova padrão. Segundo Yuan *et al.* (2012), a variação da espessura dos corpos-de-prova também influencia a avaliação do seu comportamento mecânico: em amostras de aços para tubulações (X80) e aços estruturais para ambientes marítimos (FH550) notou-se que a deformação observada após atingido o LRT (com o início da estricção) elevou-se com o aumento da espessura do corpo-de-prova enquanto as propriedades relacionadas à resistência mecânica (LE e LRT) mantiveram-se constantes. Em contrapartida, para aços ferrítico-perlíticos empregados na construção de vasos de pressão, resultados experimentais revelaram decréscimo na ductilidade com o aumento do tamanho dos corpos-de-prova (STRNADEL e BRUMEK, 2013).

Figura 3 – Influência do comprimento inicial do corpo-de-prova utilizado na avaliação das propriedades mecânicas de uma liga de titânio (Ti-6Al-4V)

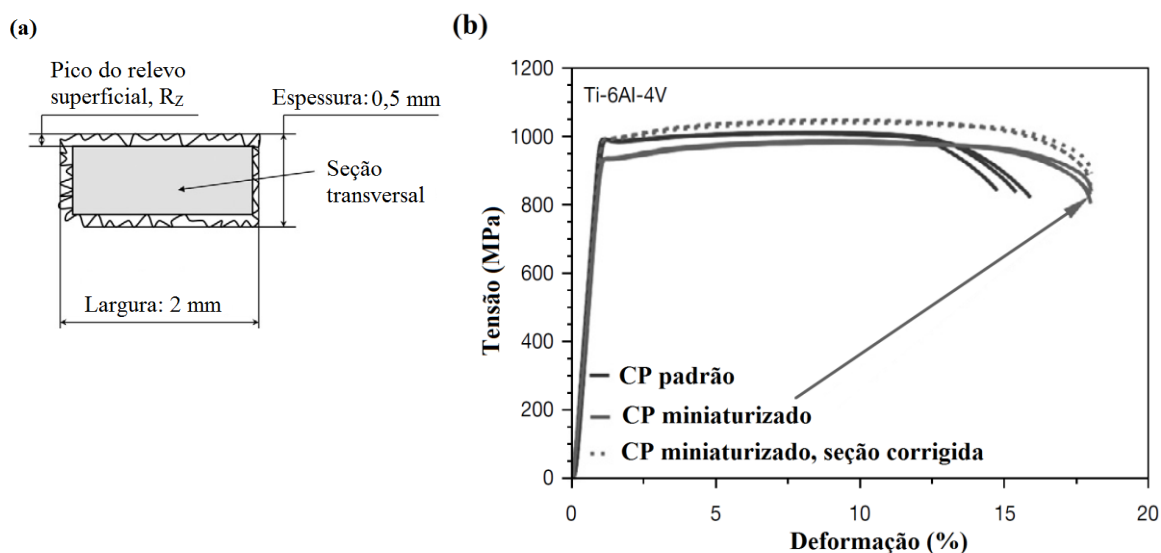


Fonte: Adaptação de (SERGUEEVA, *et al.*, 2009)

É possível constatar que existem efeitos de escala que podem falsear os resultados obtidos em ensaios de tração aplicados em corpos-de-prova miniaturizados, ainda que autores diversos apontem diferentes tendências para a influência desses efeitos na avaliação das propriedades mecânicas. Assim, é importante buscar identificar os fatores que causam a discrepância nos resultados e corrigi-los, se possível. Nesse sentido, Kashaev *et al.* (2014) foram capazes de compatibilizar os resultados obtidos a partir de amostras padrão e amostras miniaturizadas ao levar em consideração o valor da rugosidade superficial (R_z) no cálculo de sua área de seção

transversal, conforme procedimento ilustrado na Figura 4. Outra possibilidade destacada recentemente envolveu a aplicação do método dos elementos finitos para a solução do problema reverso: tomando-se como parâmetro de entrada a curva força-deslocamento obtida em um ensaio de tração, buscar extrair as características constitutivas do material. Por meio dessa abordagem, foi possível avaliar as geometrias dos corpos-de-prova miniaturizados ótimas, isto é, que melhor representassem o comportamento mecânico dos materiais testados em comparação com testes realizados em corpos-de-prova padrão (LIU *et al.*, 2017).

Figura 4 – Correção de efeito de escala devido à rugosidade superficial: (a) representação esquemática da influência da rugosidade na área efetiva e (b) resultado a aplicação da correção no diagrama tensão-deformação do material testado (CP: corpo-de-prova)



Fonte: Adaptação de (KASHAEV *et al.*, 2014)

É importante destacar que os esforços empreendidos para a correção ou aperfeiçoamento dos resultados obtidos por meio de ensaios de tração em corpos-de-prova miniaturizados foram até agora realizados tendo-se como referência experimentos executados em diferentes ligas metálicas, não tendo sido encontrados trabalhos voltados para a análise dos efeitos de escala em compósitos de matriz polimérica. É razoável supor que diferentes efeitos de escala estejam presentes nesses últimos, pelas diferenças de estrutura interna em comparação com os materiais metálicos em geral. Apesar da ausência de análise crítica acerca de eventuais efeitos de escala em compósitos poliméricos, corpos-de-prova miniaturizados têm sido largamente empregados para o estudo dessa classe de materiais (ALLAOU, *et al.* 2002; GODARA *et al.*, 2009; SHARMA e LAKKAD, 2010). Dessa forma, considera-se que,

embora os valores obtidos para resistência mecânica e ductilidade de compósitos poliméricos a partir de corpos-de-prova miniaturizados possam desviar dos resultados oriundos de ensaios padronizados, os testes em escala reduzida poderiam ser empregados para realizar comparações entre amostras de grupos distintos, ou obter informações qualitativas acerca do modo de falha dos materiais testados.

2.2 Princípios de tomografia de raios-X

A tomografia de raios-X tem como objetivo apresentar uma imagem da estrutura interna de um objeto, a partir de dados coletados por transmissão de um feixe de onda eletromagnética com comprimento de onda situado no espectro característico dos raios-X, que possui energia suficiente para transpassar o material estudado desde várias direções (ISAAC, 2009). No contexto amplo da Ciência dos Materiais, é comum o emprego do termo “tomograma”, que se refere a um volume virtual 3D reconstruído a partir de centenas ou milhares de imagens bidimensionais (2D), comumente referidas por “radiografias” em Medicina ou, de modo geral, como “projeções” (MAIRE e WITHERS, 2014). A teoria de tomografia é baseada no trabalho de Radon (1917), a partir do qual foi proposta a reconstrução da distribuição de uma determinada quantidade (ou volume) a partir de um conjunto de projeções. A quantidade a ser reconstruída é o índice de refração complexo $n(x,y,z) = 1 - \delta(x,y,z) + i \beta(x,y,z)$, composto pelo decremento do índice de refração $\delta(x,y,z)$ e o índice de absorção $\beta(x,y,z)$, que está relacionado ao coeficiente de absorção linear μ .

A reconstrução 3D é, usualmente, realizada em dois passos e está ilustrada na Figura 5. Primeiro, para cada posição angular ω , uma projeção bidimensional (2D) da imagem $R_\omega(x,y)$ é registrada:

$$R_\omega(x,y) = \int n[x_0(\omega), y, z_0(\omega)] dz$$

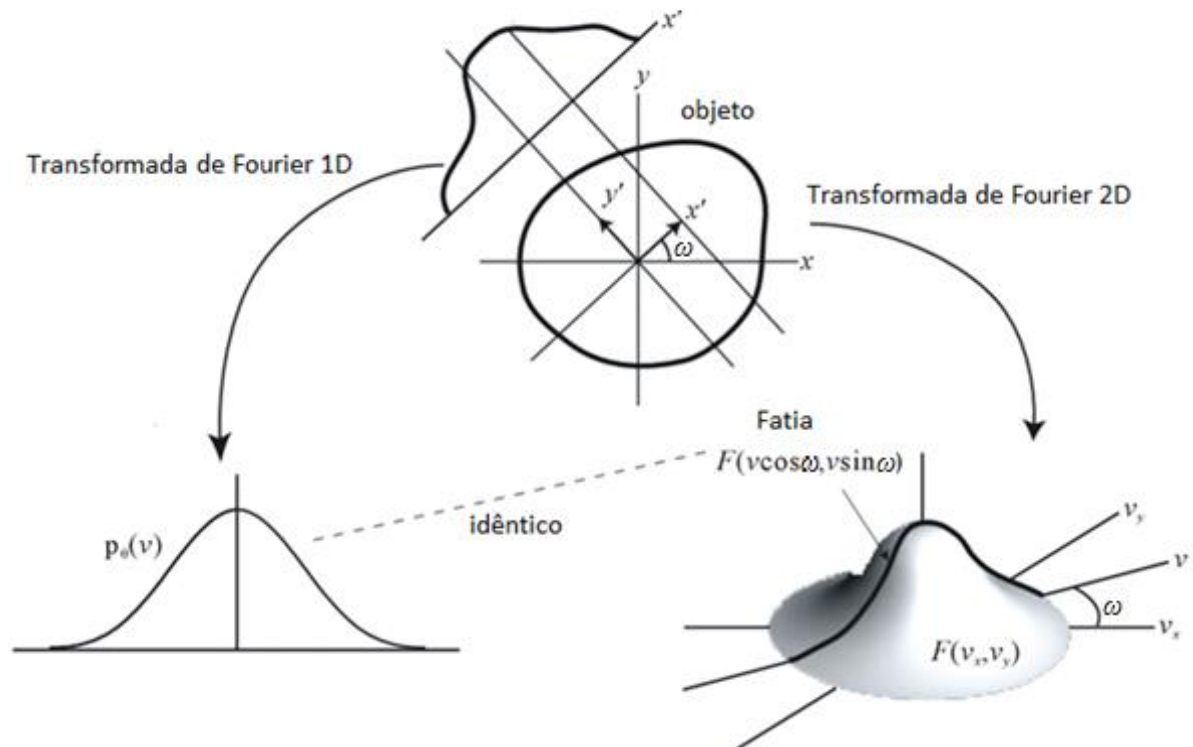
ou

(1)

$$R_\omega(x,y) = \int n(x \cos \omega - z \sin \omega, y, x \sin \omega + z \cos \omega) dz$$

onde o sistema de coordenadas x_0, y_0, z_0 está fixo no objeto ($y = y_0$, Figura 5). O conjunto de projeções é conhecido como Transformada de Radon da distribuição de $n(x,y,z)$ (HERMAN, 1980).

Figura 5 - Princípios de tomografia e ilustração do Teorema da Fatia Central de Fourier



Fonte: Asl e Sadremomtaz (2013)

A interpretação física da projeção $R_\omega(x, y)$ é direta somente se a parte imaginária ou o coeficiente de absorção linear μ é considerado. Isso é dado em termos de intensidade transmitida $I_0(x, y)$ e intensidade incidente $I_{inc}(x, y)$:

$$\int \mu(x_0(\omega), y, z_0) dz = -\ln \frac{I_0(x, y)}{I_{inc}(x, y)} \quad (2)$$

O segundo passo para a reconstrução de tomografia é a determinação da distribuição 3D a partir das projeções coletadas, ou seja, a inversa da Transformada de Radon. Em muitas fontes síncrotron, a radiação é paralela. O espalhamento angular do feixe com relação ao centro da imagem é dado por $N_p \cdot s_p / (2l)$, sendo N_p o número de pixels do detector, s_p o tamanho do pixel e l a distância fonte-amostra (DFA). Isto leva a um deslocamento lateral da

imagem do objeto que deve ser pequena quando comparada ao tamanho do pixel, sendo esta a condição para geometria de feixe paralelo:

$$l > \frac{N_p^2 \cdot s_p}{2} \quad (3)$$

Esta condição é normalmente satisfeita pelas distâncias fonte-amostra (DFA) encontradas nas fontes de luz síncrotron e isso simplifica consideravelmente as reconstruções de tomografia. Por exemplo, a DFA na ID15A do ESRF⁴ (European Synchrotron Radiation Facility) corresponde a 38m.

A reconstrução corresponde ao inverso da Eq. (1), ou seja, a determinação da distribuição de uma quantidade a partir de um conjunto de projeções coletadas. No caso de feixe paralelo, cada seção transversal correspondendo a uma determinada altura da amostra pode ser tratada separadamente. O problema se reduz, então, a um problema bidimensional, a ser resolvido separadamente para cada valor de y . Portanto, os tomogramas 3D são reconstruídos através de um simples empilhamento das imagens reconstruídas 2D.

A teoria que governa a reconstrução tomográfica é geralmente conhecida como o Teorema da Fatia Central de Fourier (HERMAN, 1980). Esse teorema pode ser descrito da seguinte forma: a transformada de Fourier 1D de uma projeção formando um ângulo θ com o eixo x é igual aos valores da transformada de Fourier 2D do objeto ao longo de uma linha radial subtendendo o mesmo ângulo:

$$P_\theta(v) = F(v \cos \theta, v \sin \theta) \quad (4)$$

Dessa forma, calculando a transformada de Fourier de um grande número de projeções, ao longo de uma faixa angular de 0 à π (devido a uma simetria espelhada, $R_{\omega+\pi}(x, y) = R_\omega(-x, y)$), obtém-se o espaço de Fourier completo do objeto. Uma vez que a transformada de Fourier do objeto é obtida, esse objeto é recuperado por meio da transformada bidimensional de Fourier inversa. Resumidamente: o processo de reconstrução tomográfica passa a ser uma série de transformadas de Fourier 1D, seguida de uma transformada de Fourier 2D inversa.

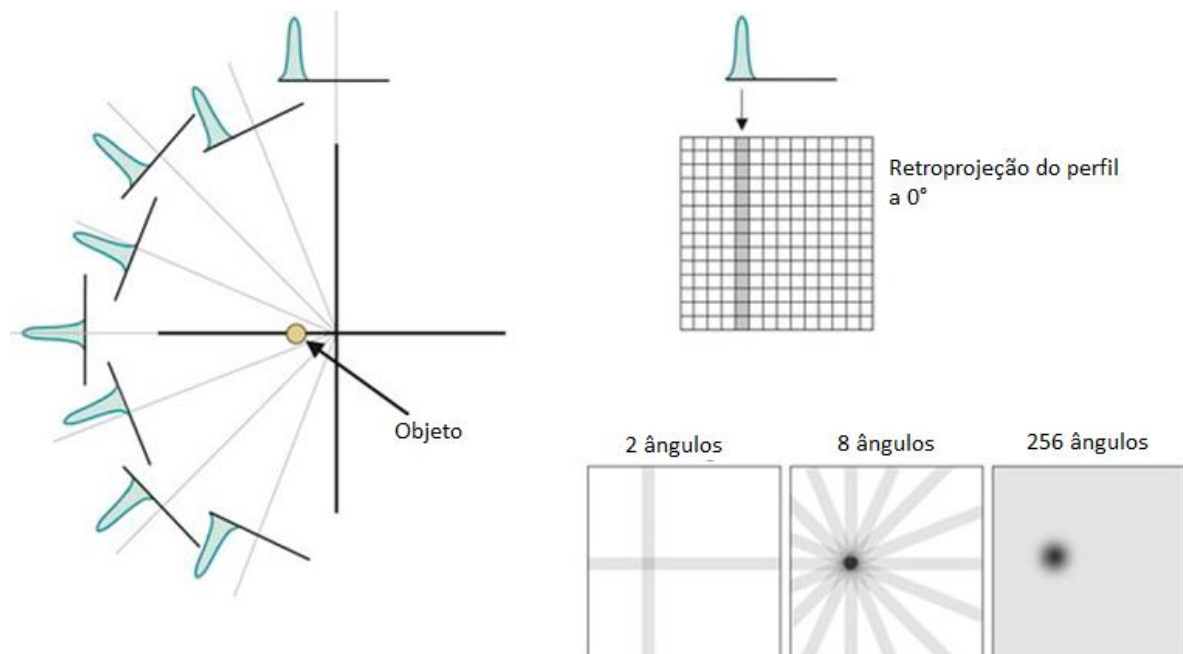
⁴ <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/StructMaterials/ID15/>

Apesar do teorema de projeções de Fourier ser uma solução direta para o problema reconstrução, ele apresenta algumas dificuldades relacionadas à sua implementação, o que faz necessário explorar alternativas como o algoritmo de reconstrução por retroprojeção filtrada (HERMAN, 1980). A ideia da retroprojeção reside na atribuição de um valor da projeção $R_\omega(x,y)$ a cada ponto (x_0, z_0) dentro da amostra que é projetada no ponto x de um detector. Isto é repetido para cada projeção. O valor de n no ponto (x_0, z_0) pode ser calculado da seguinte forma:

$$Bp[R_\omega](x_0, z_0) = \int_0^\pi R_\omega(x = x_0 \cos \omega + z_0 \sin \omega) d\omega \quad (5)$$

Basicamente, o algoritmo da retroprojeção filtrada consiste em projetar cada uma das projeções obtidas na tomografia em uma matriz 2D, por isso o nome retroprojeção, sendo que essa retroprojeção segue a orientação em cada projeção de tomografia foi obtida. Assim as retroprojeções para vários ângulos distribuídos em uma faixa de 180° são sobrepostas (somadas) e um filtro é aplicado para eliminar os barramentos gerados pela retroprojeção e aumentar a nitidez da imagem. A figura 6 ilustra o procedimento da retroprojeção.

Figura 6 – Ilustração do algoritmo de retroprojeção



Fonte: (<https://radiologykey.com/tomographic-reconstruction-in-nuclear-medicine/>)

2.3 Dano em compósitos poliméricos

As falhas presentes nas estruturas constitutivas dos materiais estão diretamente relacionadas à resistência mecânica dos mesmos. A resistência dos materiais compósitos está vinculada às características iniciais dessas falhas. Assim, a compreensão da mecânica da fratura, incluindo a propagação de trincas, é importante na análise, projeto e escolha de estruturas de materiais compósitos. Normalmente, a fratura se desenvolve em um processo dividido em três etapas. Primeiro, uma microtrinca é iniciada, ou há uma falha ou imperfeição preexistente. Na segunda etapa, a micro trinca cresce e pode se aglutinar a outras microtrincas até que se constitua uma trinca. Na terceira etapa, a trinca cresce, diminuindo a área de resistência e elevando a tensão a valores críticos até falha total do componente.

Os materiais compósitos possuem a característica vantajosa de oferecer maior resistência à propagação de trincas devido à ductilidade do material da matriz e do efeito de “parada de trinca” das fibras na interface matriz-fibra. Vários possíveis mecanismos de parada de trinca são possíveis em materiais poliméricos, incluindo: deflexão de trinca, elevação da tenacidade à fratura pela agregação de nanopartículas ou transformações de fase ao redor da trinca, entre outros (RITCHIE, 1988). Em todos esses casos, o retardamento na propagação de trinca é obtido quando ocorre dissipação de energia no material sem o aumento do comprimento de trincas pré-existentes (WU *et al.*, 2008). Além disso, a presença de dois ou mais constituintes faz com que a fratura em materiais compósitos tenha uma nova dimensão em relação aos materiais homogêneos e isotrópicos, de tal modo que pode haver a ocorrência de fratura individual de algum constituinte ou a separação da interface entre seus constituintes. Na Figura 7 apresenta-se uma placa infinita com uma trinca submetida a um estado mono axial de tensão com valor nominal σ_0 .

A distribuição de tensões σ_x , σ_y e τ_{xy} nas proximidades da ponta da trinca são expressas por:

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (6)$$

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (7)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[\sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (8)$$

Onde K_I é o fator de intensidade de tensão, que, para o modo de tensão em questão, é definido como:

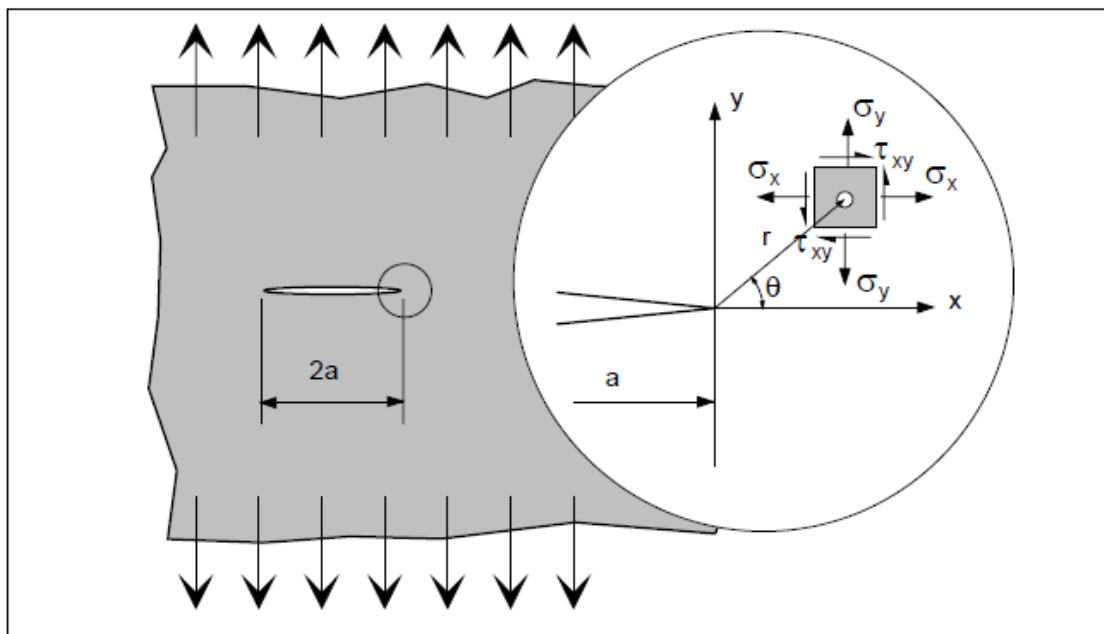
$$K_I = \sigma_0 \sqrt{a} \quad (9)$$

A propagação da trinca ocorrerá se o fator de intensidade de tensão atingir um valor crítico K_{IC} , sendo:

$$K_{IC} = \sqrt{aE\gamma} \quad (10)$$

Sendo E o módulo de elasticidade e γ a densidade de energia de superfície.

Figura 7 – Estudo do estado de tensões na ponta de uma trinca de comprimento $2a$ localizada no interior de um sólido semi-infinito



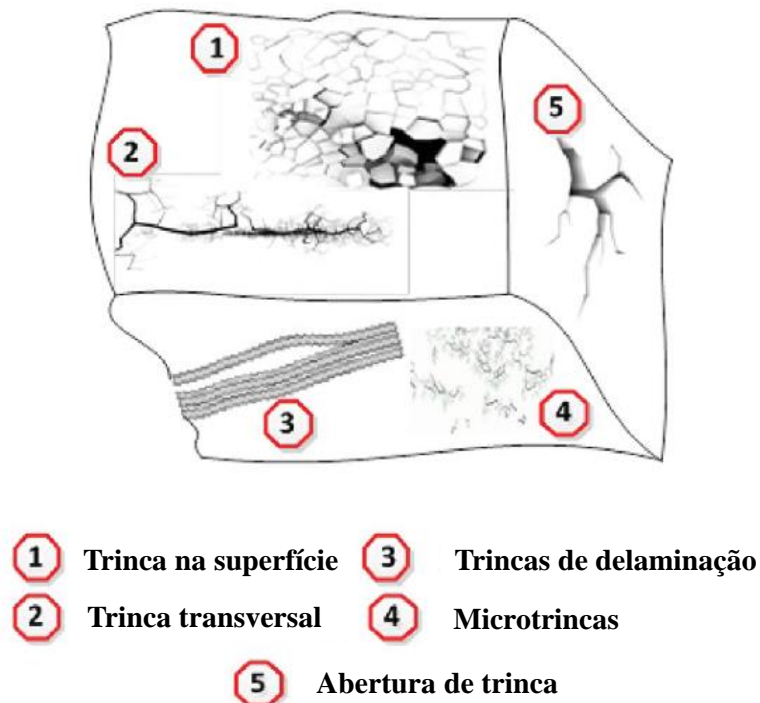
Fonte: Adaptação de Jones (1999)

O trabalho de Wu (1968) aponta que a distribuição de tensões nas proximidades da ponta de uma trinca para um material anisotrópico dependem não somente do fator K_I , mas também das propriedades anisotrópicas e da orientação da trinca em relação às direções principais do material. Simplificações podem ser aplicadas quando a trinca apresenta uma orientação constante em relação às direções principais do material. Wu (1968) submeteu amostras de epóxi reforçado com fibra de vidro em uma única direção com uma trinca centralizada e orientada na direção das fibras a carregamentos de tração pura, cisalhamento puro e combinação desses. O resultado mostrou que nesses casos a propagação ocorreu no sentido colinear à orientação original da trinca, de modo que a teoria de falhas para materiais homogêneos anisotrópicos pode ser aplicada a materiais compósitos com lâminas em uma única direção.

Na matriz, as trincas tendem a crescer paralelas às orientações das fibras. Uma trinca originalmente paralela à orientação das fibras se propagará de forma similar a si mesma (auto similar), já uma trinca originalmente com orientação diferente à das fibras, se propagará de forma não similar a si mesma (não auto similar). Como a situação mais comum é a presença de lâminas de fibras em orientações diferentes, localmente ocorrerão simultaneamente trincas com propagação auto similar e trincas com propagação não auto similar, dificultando em muito a previsibilidade da evolução do dano (JONES, 1999).

A aplicação desses princípios da mecânica da fratura em materiais compósitos é complexa, principalmente devido à heterogeneidade, anisotropia e das diferentes orientações das lâminas das fibras. Assim, os pesquisadores têm buscado realizar estudos experimentais para avaliar o dano nesses materiais. Pelo emprego da técnica de MTX é possível identificar e caracterizar o dano e o surgimento de falhas internas incluindo vazios, delaminações e microtrincas em compósitos de matriz polimérica, conforme ilustrado na Figura 8 (AWAJA *et al.*, 2016; NAEBE *et al.*, 2016).

Figura 8 – Algumas das variedades de trincas em compósitos poliméricos



Fonte: NAEBE *et al.*, 2016

Em particular, a aplicação da técnica MTX com fontes de radiação síncrotron modernas durante o carregamento mecânico do material (“*in situ*”) é considerada uma

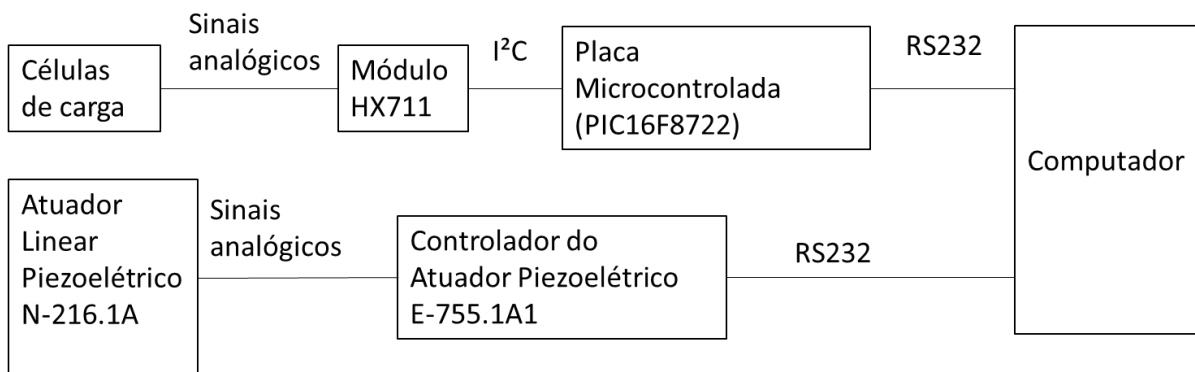
ferramenta poderosa para a caracterização 3D da microestrutura, evolução de dano e suas interações (SINGH *et al.*, 2014; YU *et al.*, 2016; ROLLAND *et al.*, 2017; CROOM *et al.*, 2016). Por exemplo, a presença e o desenvolvimento de trincas criadas pelo descolamento de fibras de vidro da matriz polimérica em função do número de ciclos de fadiga foram monitoradas por MTX, o que contribuiu para a compreensão dos mecanismos de falha atuantes durante aplicação de carregamento cíclico (YU *et al.*, 2016). Além disso, por meio dessa abordagem, foi possível detectar uma clara dependência entre o crescimento de trinca e os parâmetros de fabricação empregados na obtenção do compósito como, por exemplo, orientação das fibras (ROLLAND *et al.*, 2017). A visualização de eventos relacionados à deformação das fibras durante o carregamento e a quantificação de defeitos como poros inclusões também são possibilitados por meio da aplicação de MTX *in situ* permitindo, assim, a elucidação dos mecanismos de evolução de dano em materiais compósitos (CROOM *et al.*, 2016).

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

3.1 Desenvolvimento do aparato para ensaios *in-situ*

Neste item são abordados aspectos de controle e automação da máquina miniaturizada de tração, para que seja possível apresentar de modo abrangente o seu funcionamento. Na Figura 9 é representado o diagrama em blocos do sistema de controle e acionamento da máquina miniaturizada de tração.

Figura 9 – Diagrama de blocos do sistema de controle e acionamento do equipamento desenvolvido, além do sistema de medição de carga.



Fonte: Elaborado pelo autor

Além da sua estrutura mecânica, a máquina miniaturizada de tração é constituída de dois sistemas eletrônicos responsáveis pela medição da carga (1); e aplicação do esforço uni-axial no corpo de prova com medição de deslocamento (2). Ambos os sistemas são conectados a um computador pessoal operando em ambiente Windows® para que seja possível ao usuário programar o controle da carga aplicada durante o ensaio e, também, efetuar a leitura dos dados medidos durante a realização dos ensaios. A medição da carga aplicada é realizada por duas células de carga e transmitida na forma de sinal analógico a um módulo específico para leitura das mesmas, o módulo HX711. O módulo HX711, por sua vez, comunica-se por meio de protocolo I²C com uma placa microcontrolada para que seja possível o envio dos dados gerados pelas células de carga para o computador, por meio de comunicação serial padrão RS232. A aplicação do esforço uni-axial (tração ou compressão) e a medição do deslocamento correspondente são realizados por um sistema composto por atuador linear piezoelétrico, o N-216-1A, e seu controlador eletrônico, o E-755.1A1, sendo que esse último comunica-se diretamente com o computador via comunicação RS232.

Para integração desses sistemas, foi necessário desenvolver um software que é executado em ambiente Windows® em um computador pessoal. Esse software realiza a comunicação com os dois sistemas mencionados por meio de suas portas seriais e, então, realiza o controle e supervisão dos dois sistemas permitindo, assim, através de uma única interface, que o usuário comande e monitore a máquina miniaturizada de tração remotamente por meio do computador.

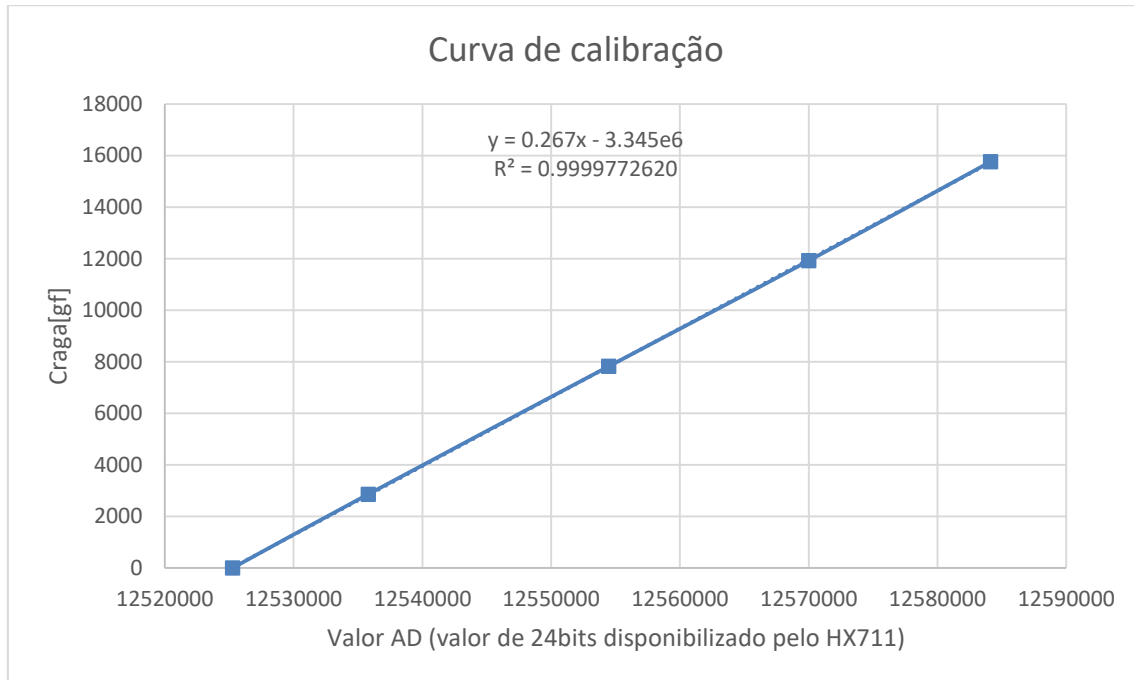
3.1.1 Sistema de tração e medição de deslocamento

O atuador piezoelétrico é basicamente um atuador linear cujo curso total máximo é de 20 mm e capacidade de carga máxima de 300 N. Esse atuador também possui, internamente, o sensoriamento necessário para se mensurar seu deslocamento, cuja resolução mínima é de 0,003um. Além disso, através de seu controlador, é possível controlar a velocidade do movimento (velocidade máxima de 1 mm/s). O controlador E-755.1A1, responsável por controlar o atuador piezoelétrico, comunica-se com o computador por meio de um protocolo ASCII próprio via RS232, sendo a documentação desse protocolo fornecida pelo fabricante.

3.1.2 Sistema de medição de carga

O atuador piezoelétrico foi montado sobre duas células de carga, cada uma com capacidade para 50 kgf, totalizando uma capacidade de medição de carga até 100 kgf, o que é suficientemente superior à carga máxima capaz de ser aplicada pelo atuador piezoelétrico. Cada célula de carga basicamente é uma estrutura com “strain gauge” de modo que disponibiliza um sinal de variação de resistência em função da deformação aplicada. Esse sinal de variação de resistência é condicionado e digitalizado pelo módulo HX711 que disponibiliza o valor digitalizado dessa leitura em 24 bits via I²C (protocolo comumente usado em eletrônica para transmissão de dados entre componentes). Para interface entre o módulo HX11 e o computador, foi necessária a utilização de uma placa microcontrolada desenvolvida pelo próprio autor utilizando o microcontrolador PIC18F8722, essa placa é responsável por ler o sinal digitalizado do módulo HX711 via I²C e enviá-lo ao computador em formato ASCII via RS232. Após calibração, verificou-se que o sistema permite a medição de carga com resolução de 50gf. Na Figura 10, é apresentado o gráfico de calibração do sistema de medição de carga.

Figura 10 – Curva de calibração relacionado a carga e o valor obtido no conversor analógico-digital do sistema de aquisição de dados

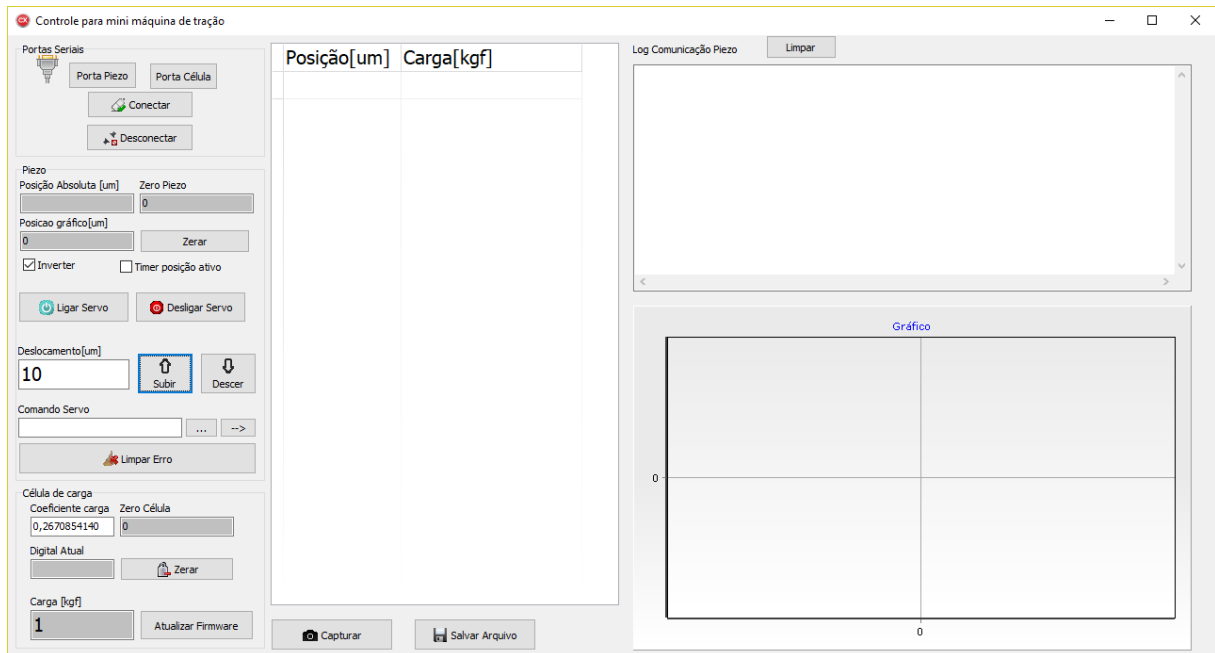


Fonte: Elaborado pelo autor

3.1.3 Software de Integração

O software de integração foi desenvolvido para permitir ao usuário comandar e monitorar a máquina miniaturizada de tração remotamente através de um computador e usando uma única interface simples e amigável. A programação foi realizada em linguagem C++ e o programa foi compilado para Windows XP® ou versão superior. Como função secundária, o software permite o registro tabular e gráfico dos dados (deslocamento e carga) do ensaio. A Figura 11 apresenta a tela do software de integração.

Figura 11– Ilustração da tela principal do software de integração desenvolvido



Fonte: Elaborado pelo autor

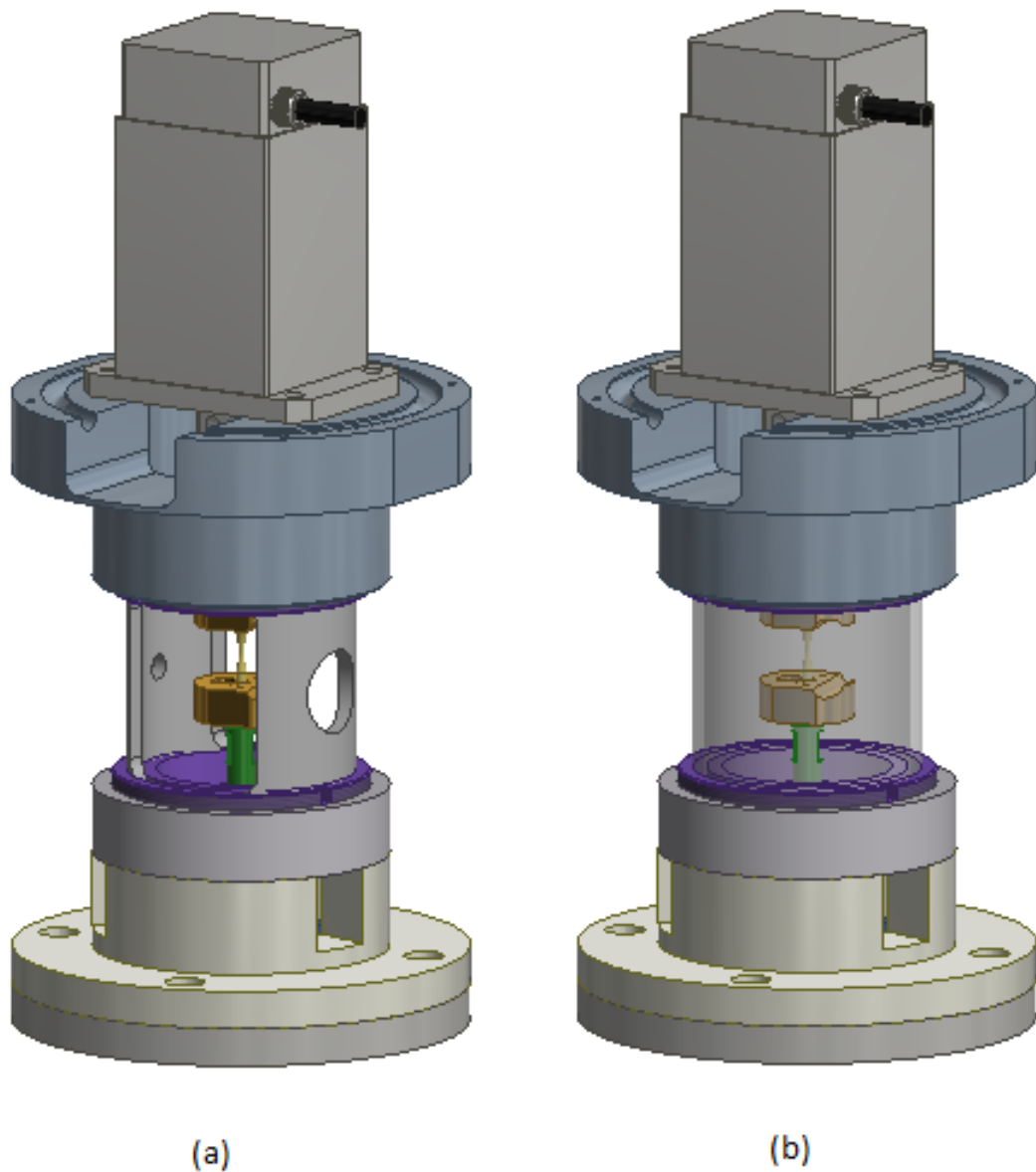
3.1.4 Aspectos construtivos da máquina miniaturizada de tração

A construção mecânica da máquina miniaturizada balizou-se principalmente no aspecto geométrico para se adequar às dimensões do atuador piezo elétrico, amostra e células de carga e espaço disponível na câmara de microtomografia. Uma vez que a força máxima exercida pelo atuador é de apenas 300 N, construindo a máquina em dimensões com ordens de grandeza próximas às dimensões do atuador, as tensões resultantes na estrutura da máquina são praticamente desprezíveis, ou seja, sob o aspecto de resistência mecânica, a máquina miniaturizada de tração está superdimensionada para a carga de 300N, não sendo então essa uma preocupação e não foi tratada do desenvolvimento da estrutura mecânica. A maior preocupação no desenvolvimento da estrutura mecânica foi que a máquina tivesse dimensões máximas adequadas para poder ser contida dentro da câmara de ensaio de MTX e que os componentes da máquina não obstruíssem o feixe de luz utilizado no ensaio.

Para os casos em que o ensaio é realizado com a máquina em posição estática, a simples utilização de uma estrutura tubular com a amostra em seu interior com duas janelas que permitem a entrada e saída do feixe de luz passando pela amostra já é o suficiente. Para o caso específico de microtomografia com varredura para geração de volumes tridimensionais, o equipamento é rotacionado durante a varredura, de modo que apenas a colocação de janelas

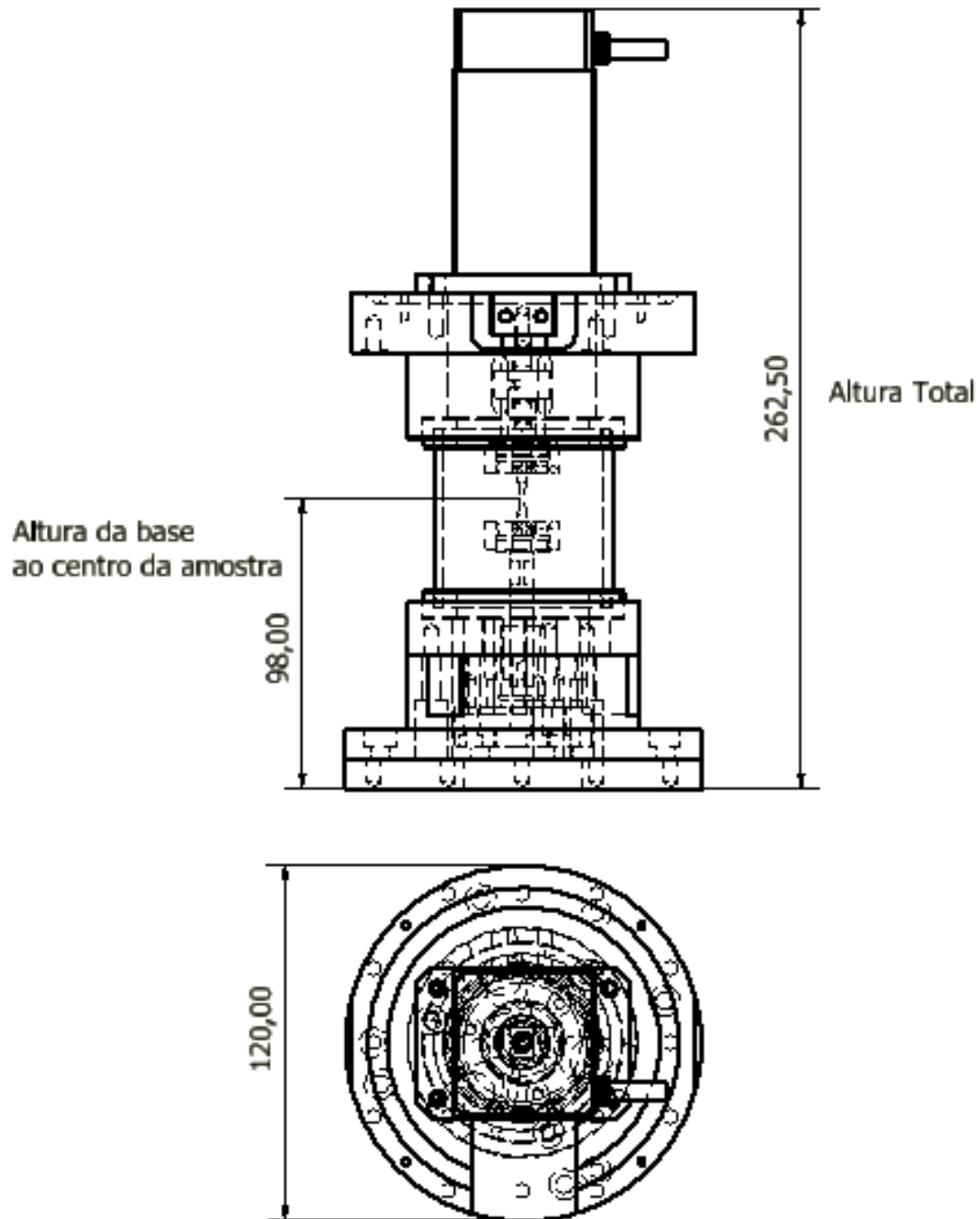
não é o suficiente. Para essa situação, é necessário a construção de uma estrutura tubular feita com material transparente ao feixe de luz utilizado no ensaio. Foi então usado um tubo de carbono vítreo transparente à radiação no espectro das frequências características empregadas em ensaios de MTX com luz síncrotron, conforme ilustrado na Figura 12. As dimensões principais do equipamento desenvolvido são apresentadas na Figura 13 e a fotografia de uma montagem empregada para realização de ensaio de tração em uma amostra de cobre miniaturizada é apresentada na Figura 14.

Figura 12 – Ilustração da máquina de ensaios desenvolvida para ensaios MTX *in-situ* nas configurações com tubo vazado (a) e com tubo de carbono vítreo (b).



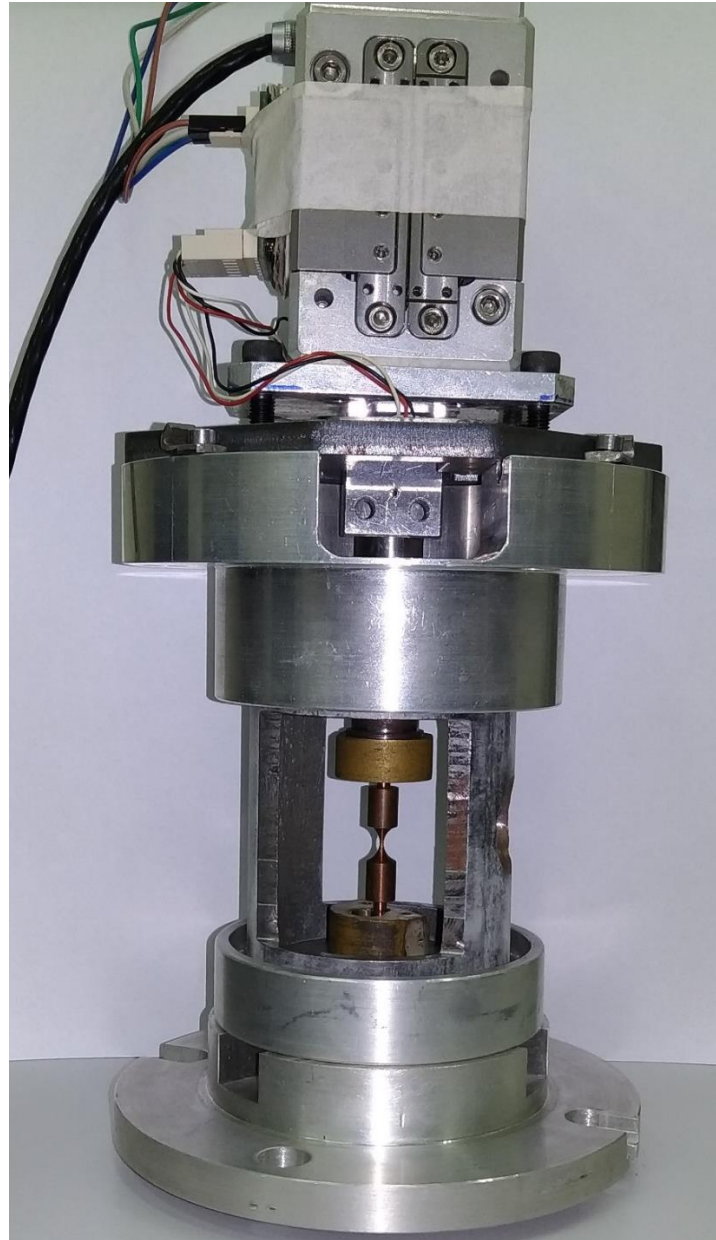
Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 13 – Representação da máquina desenvolvida, com identificação de suas principais dimensões



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 14 - Ilustração da máquina de ensaios desenvolvida para ensaios MTX *in-situ*



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.1.5 Testes preliminares do equipamento

Antes de empregar o equipamento desenvolvido para a realização de ensaios de tração *in-situ* acompanhados por MTX-S, foram realizados experimentos preliminares em amostras miniaturizadas e os resultados obtidos foram comparados com testes realizados em corpos de prova de tamanho padrão de cobre eletrolítico C11000. Os corpos-de-prova miniaturizados possuíam diâmetro da seção útil de 1 mm e comprimento da seção útil de 2 mm, enquanto os

corpos de prova ensaiados em equipamento de tamanho convencional possuíam diâmetro da seção útil de 10 mm e comprimento da seção útil de 25 mm. Os corpos de prova de tamanho convencional foram testados em uma máquina de tração EMIC 10000 com capacidade máxima de carga de 10.000 kgf. Os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação de $0,005 \text{ s}^{-1}$. Os materiais foram comparados na condição recozida (600°C por uma hora) e na condição de trabalho a frio com níveis de dureza compatíveis entre as amostras convencionais e miniaturizadas.

3.2 Procedimentos experimentais

3.2.1 Materiais

O equipamento desenvolvido foi utilizado para avaliação da resistência à tração de compósitos de matriz polimérica (polipropileno) com dois tipos de reforço: fibra de vidro não tratada e fibra de vidro revestida com nanotubos de carbono (NTC) com o intuito de melhorar a adesão entre fibra e matriz. A preparação dos materiais utilizados foi realizada no Laboratório de Engenharia de Polímeros e Compósitos (LEPCom)⁵ da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) utilizando-se a técnica *Layer-by-Layer* (LbL) (BROWN e BHUSHAN, 2015; VITORINO e ORÉFICE, 2017). O detalhamento dos procedimentos adotados na sua síntese e caracterização pode ser encontrado nos trabalhos de Vitorino e Oréfice (2016, 2017). A técnica LbL permite a deposição de lâminas de diferentes materiais e composições em uma variedade de substratos. No presente trabalho, o procedimento foi utilizado para modificar a superfície de fibras de vidro pela incorporação de nanotubos de carbono, que foram dispostas em lâminas poliméricas (polipropileno). Supõe-se que, pela modificação da interface fibra/matriz seja possível a elevação da tenacidade pelo estabelecimento de novos mecanismos de dissipação de energia durante a propagação de trinca (VITORINO e ORÉFICE, 2016; TAMRAKAR *et al.*, 2016; SIDDIQUI *et al.*, 2010).

Os materiais, assim, foram cortados em corpos de prova de tração miniaturizados na forma de chapas com seção transversal retangular e comprimento inicial da seção útil l_0 , com as dimensões indicadas na Tabela 1. Na Tabela 1, a abreviatura “FV” designa as amostras de fibras não tratadas enquanto a abreviatura “NC” designa as amostras de fibras tratadas com a solução de nanotubos de carbono de paredes múltiplas.

⁵ Endereço eletrônico: <http://lepcom.demet.ufmg.br/website/index.php/pt/>

Tabela 1 - Identificação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de MTX-S *in-situ*

ID	Reforço	Seção (mm ²)	l ₀ (mm)
FV3	Fibra de vidro	2,0 × 2,0	4,5
FV4	Fibra de vidro	2,0 × 1,7	4,7
FV5	Fibra de vidro	2,0 × 2,2	4,4
FV6	Fibra de vidro	2,8 × 1,3	4,0
NC1	Fibra de vidro tratada com NTC	2,0 × 2,0	5,1
NC2	Fibra de vidro tratada com NTC	2,0 × 1,7	4,2
NC3	Fibra de vidro tratada com NTC	1,6 × 2,0	5,0
NC4	Fibra de vidro tratada com NTC	2,7 × 2,0	4,8

Fonte: Elaborado pelo autor

3.2.2 Experimentos com MTX-S

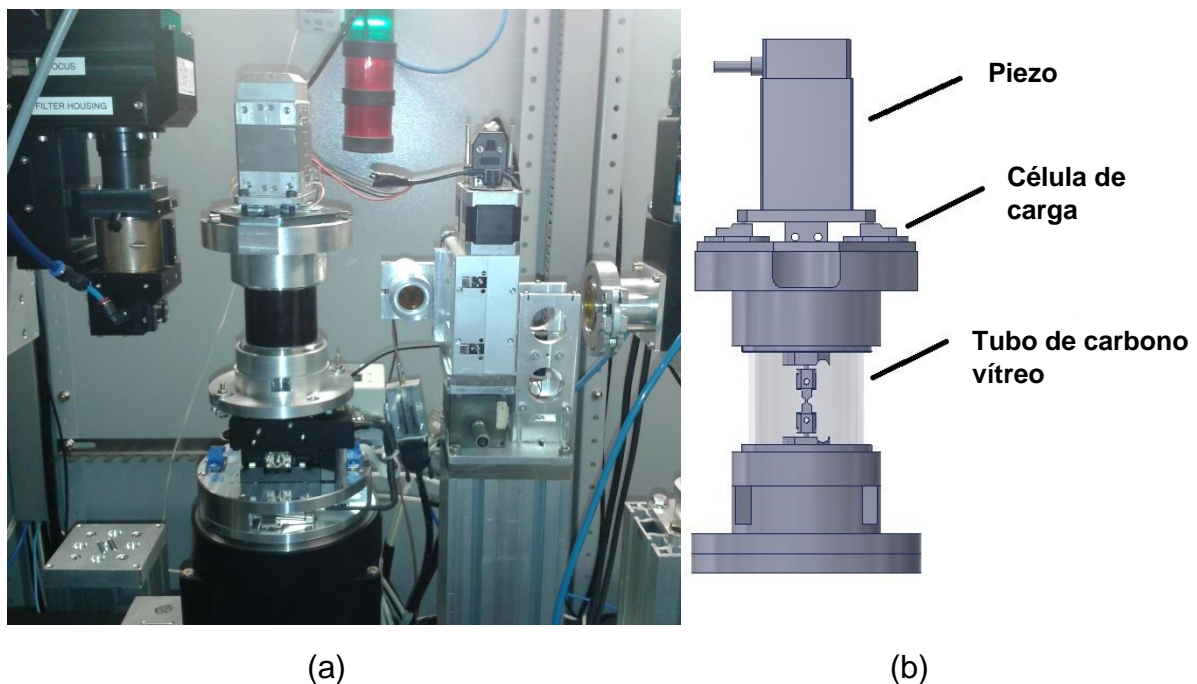
Os experimentos envolvendo MTX com radiação síncrotron foram realizados na estação experimental IMX do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), localizado em Campinas, SP. Durante a etapa de rotação da amostra, 1024 imagens de projeções radiográficas foram registradas. A radiação síncrotron utilizada na estação IMX é proveniente do ímã de dobramento D6, com divergência de 808 μrad x 26 μrad e um tamanho efetivo do feixe no ponto de entrada da estação experimental igual a 391 μm x 97 μm (horizontal x vertical). A radiação utilizada possuía energia média de 8keV e fluxo de fótons de aproximadamente 1014 ph/s/mm². O detector utilizado foi um cintilador Lu:Ag acompanhado por uma câmera PCO2000 com resolução de 2048 x 2048 pixels e 7,4 μm por pixel. A montagem do equipamento na estação IMX é ilustrada na Figura 15.

3.2.3 Parâmetros do processamento de imagens

A evolução das trincas e/ou cavidades pode ser visualizada através das técnicas de MTX síncrotron e laboratorial. Por sua vez, as informações sobre o número e a fração volumétrica dessas trincas bem como as propriedades geométricas serão extraídas dos tomogramas por meio de técnicas de processamento de imagens. O algoritmo de reconstrução utilizado foi o *Filtered Backprojection* (FBP), desenvolvido por Miqueles e Helou (2014). As

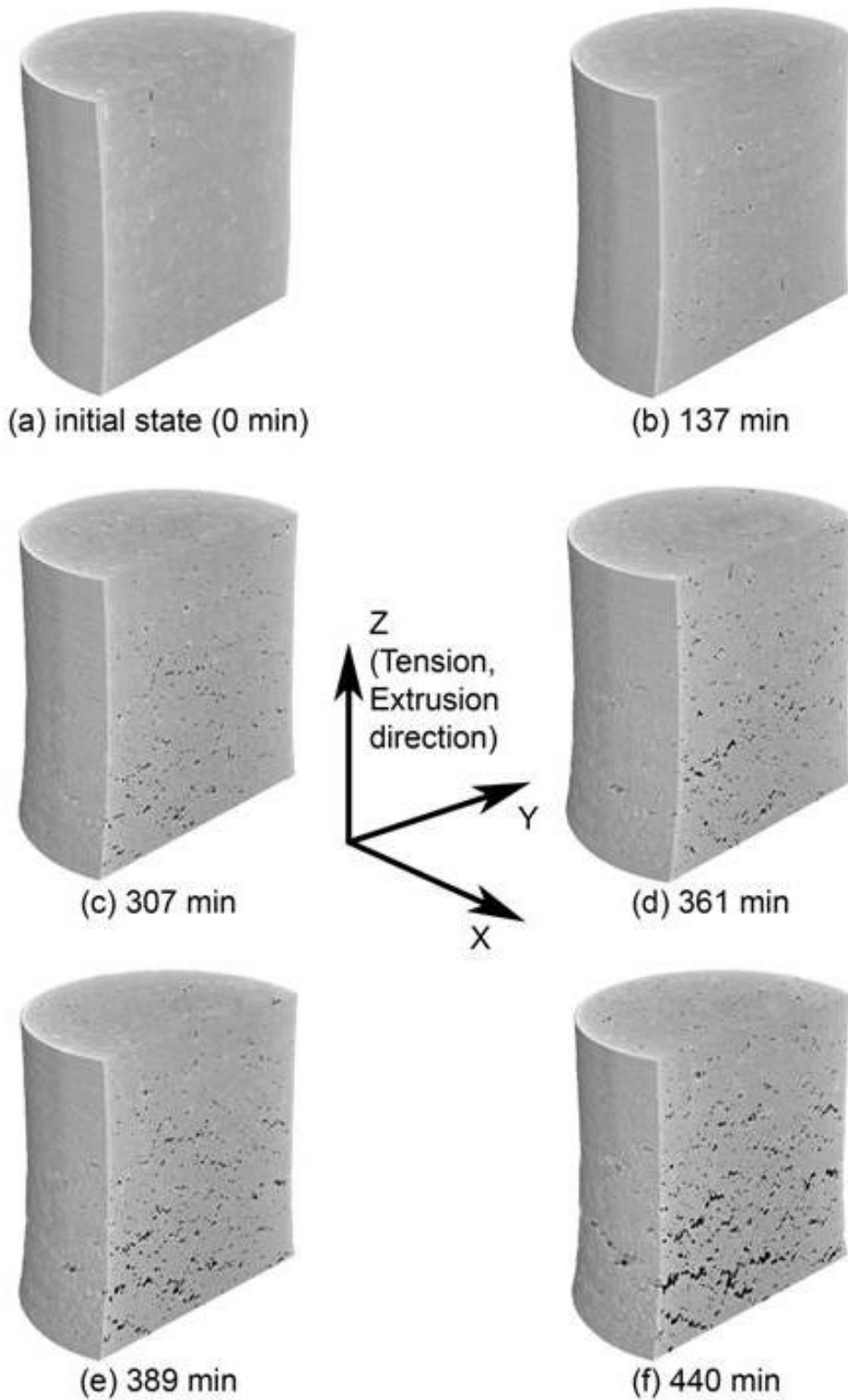
fibras e poros foram segmentados por meio de um módulo interativo do *software* FEI Avizo® 8.1. Os valores de escala de cinza utilizados foram de 0 a 45 para os poros e de 145 a 255 para as fibras. Utilizando-se técnicas de segmentação (ISAAC, 2009), é possível identificar os voxels pertencentes às trincas ou ao material. Uma trinca é definida como uma configuração de $2 \times 2 \times 2$ ou mais voxels ‘escuros’ conectados (sendo cada voxel $1.6 \mu\text{m} \times 1.6 \mu\text{m} \times 1.6 \mu\text{m}$). Configurações menores foram consideradas ruído e serão, portanto, desprezadas. Uma análise quantitativa da distribuição da forma, do tamanho e da orientação espacial das trincas, como função da deformação dos corpos de prova, também foi realizada. Na Figura 16 são exemplificados resultados obtidos utilizando esse algoritmo, para o estudo do crescimento de cavidades por fluência, em latão (ISAAC *et al*, 2008^c) apresentando uma série de reconstruções tomográficas revelando vazios em seu estágio inicial e em diferentes estágios de fluência. Após a realização dos ensaios de tração *in situ* a superfície fraturada das amostras foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em um microscópio JEOL JSM IT300 na PUC Minas e um Microscópio Eletrônico de Varredura FEG (Field Emission Gun) - QUANTA FEI 200, do Centro de Microscopia da UFMG. Antes das observações, a superfície das amostras foi recoberta com uma fina camada de ouro para evitar distorções da imagem provenientes de carregamento.

Figura 15 – Montagem experimental realizada na estação IMX: (a) registro fotográfico da utilização do equipamento desenvolvido e (b) representação esquemática da máquina



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 16 - Cortes de volumes de reconstruções tomográficas revelando as cavidades (voxels “escuros”), em seu estágio inicial e em diferentes estágios de fluência. Legenda: *initial state* (estágio inicial), *tension, extrusion direction* (direção de tração, extrusão).



Fonte: Isaac et al., 2008^c

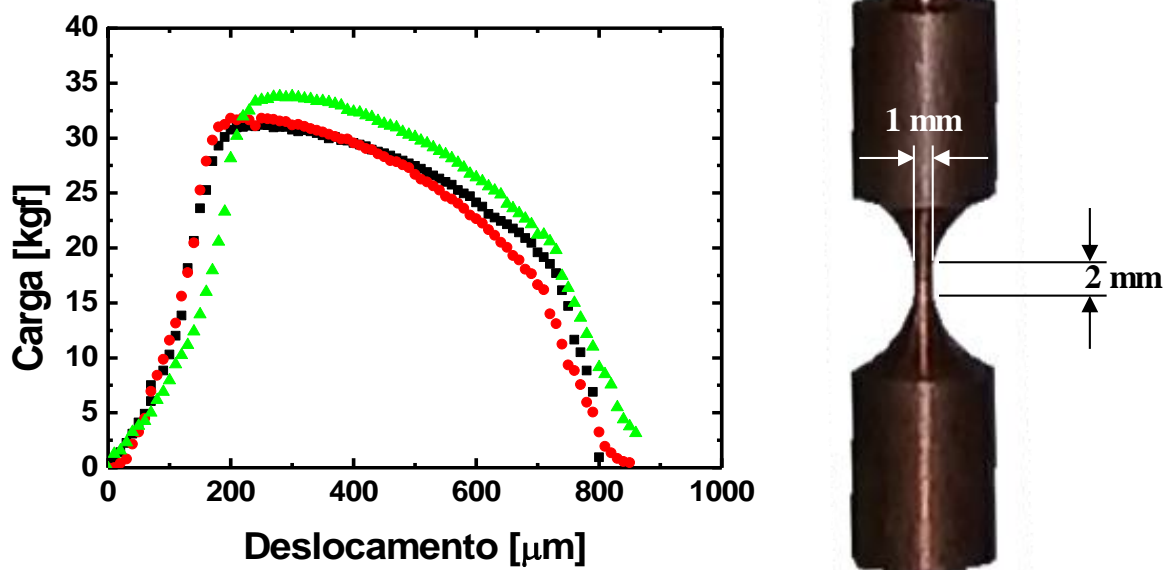
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção são apresentados e discutidos os resultados obtidos no presente trabalho. Primeiro, são apresentados resultados de testes preliminares de ensaios de tração realizados no equipamento desenvolvido em amostras miniaturizadas de cobre eletrolítico. Depois, são apresentados os resultados relativos ao comportamento mecânico dos materiais compósitos avaliados, na forma de diagramas Tensão-Deformação, seguidos da avaliação da superfície de fratura das amostras. Finalmente, são apresentados os resultados colhidos dos ensaios envolvendo MTX *in-situ* na estação experimental IMX do LNLS, buscando identificar os mecanismos de evolução do dano nas amostras testadas.

4.1 Ensaios preliminares

Na Figura 17 são apresentadas curvas força *versus* deslocamento obtidas em amostras de cobre eletrolítico miniaturizadas, com diâmetro da seção útil de 1 mm e comprimento nominal da seção útil de 2 mm. As amostras foram preparadas de barras de cobre com dureza inicial de 90 ± 3 HV5. Ao todo, foram realizados três ensaios sendo que em cada um deles foi empregada uma taxa de alongamento de $10 \mu\text{m/s}$ (equivalente a uma taxa de deformação de $0,005 \text{ s}^{-1}$).

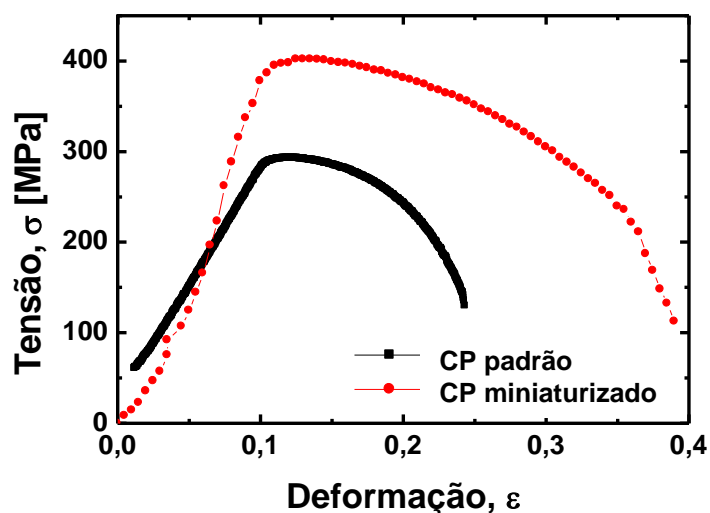
Figura 17 – Diagramas força-deslocamento obtidas em amostras de cobre eletrolítico miniaturizadas sem recozimento



Fonte: Elaborado pelo autor

A partir dos ensaios realizados nas amostras miniaturizadas, foi possível obter valores médios para o LRT (400 ± 17 MPa) e LE (380 ± 19 MPa) do material testado. O desvio-padrão médio situou-se abaixo de 5% para ambas as grandezas. Os resultados dos ensaios de tração realizados nas amostras miniaturizadas foram comparados com resultados obtidos em equipamento convencional, com capacidade para cargas de até 10.000 kgf (EMIC 10000). As amostras utilizadas para comparação foram de cobre eletrolítico C11000 com diâmetro da seção útil de 10 mm, comprimento da seção útil 25 mm e dureza de 95 ± 3 HV5. A comparação dos testes realizados é apresentada na Figura 18 (em que é mostrada a curva tensão-deformação média obtida pelos três ensaios no caso da amostra miniaturizada).

Figura 18 – Comparação do comportamento tensão-deformação registrado em amostras equipamento convencional e miniaturizado sem recozimento



Fonte: Elaborado pelo autor

Analisando-se os resultados apresentados na Figura 18, é possível notar a discrepância entre os testes realizados, tanto em termos da deformação máxima atingida pelos corpos de prova como nos valores de resistência à tração obtidos. As dificuldades relacionadas a ensaios mecânicos em amostras miniaturizadas devem-se a efeitos de escala, intrínsecos dos materiais, que se tornam ampliados pela redução do tamanho da amostra. No caso específico de corpos de prova obtidos de materiais metálicos elaborados por meio de processos de usinagem, a elevação da resistência mecânica pode estar relacionada ao fato de que a profundidade do encruamento da superfície criado pelo processo de corte seja maior em relação ao diâmetro da amostra no caso do teste miniaturizado. Com efeito, os gráficos obtidos por meio do ensaio de tração aplicado nas amostras de cobre miniaturizadas revelam

valores próximos para o limite de escoamento e o limite de resistência à tração – característica típica do comportamento à tração de ligas de cobre deformadas a frio. É importante observar, contudo, que a hipótese levantada para explicar o aumento percebido na resistência à tração não é compatível com a elevação na deformação máxima sofrida pelo material até a ruptura (cerca de 0,35 para o corpo de prova miniaturizado e 0,25 para o corpo de prova convencional). Apesar disso, constata-se que os gráficos apresentados na Figura 17 revelam a reprodutibilidade dos resultados alcançados por meio do equipamento desenvolvido, sendo observadas as mesmas tendências para as três amostras testadas.

Como forma de se avaliar se a deformação superficial induzida pelo processo de usinagem no corpo de prova miniaturizado teve, de fato, influência na avaliação da resistência à tração nos corpos miniaturizados, foram realizadas comparações em novas amostras de cobre eletrolítico (de tamanho padrão e de escala reduzida) após recozimento a 600°C por uma hora. Nessas condições, espera-se que a microestrutura do cobre se encontre completamente recristalizada. Os resultados dos ensaios de tração realizados após o tratamento de recozimento são apresentados na Figura 19(a) e 19(b). Na Figura 19(a) são apresentadas curvas tensão-deformação de engenharia representativas do conjunto de amostras testadas. Na Figura 19(b) são apresentadas regressões utilizadas para obtenção do coeficiente de encruamento da equação de Hollomon por meio da qual se descreve a relação entre tensão e deformação no regime plástico, para níveis de tensão inferiores ao limite de resistência do material (DIETER, 1988):

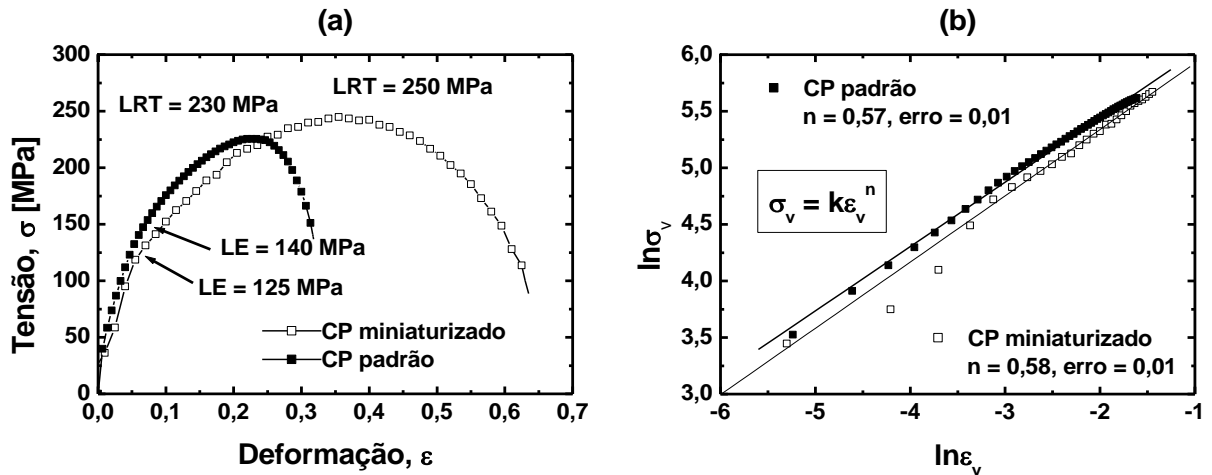
$$\sigma_v = K \varepsilon_v^n \quad (11)$$

em que σ_v é a tensão verdadeira, ε_v é a deformação verdadeira, n é o coeficiente de encruamento e K é o coeficiente de resistência do material.

Após a realização do tratamento de recozimento das amostras, é possível notar que houve maior aproximação entre os resultados obtidos com as duas classes de corpos de prova nos parâmetros relacionados à resistência mecânica dos materiais, LE (140 e 126 MPa, para os corpos de prova convencionais e miniaturizados, respectivamente) e LRT (230 e 260 MPa, para corpos de prova convencionais e miniaturizados, respectivamente). Por sua vez, análise dos resultados apresentados na Figura 19(b), revela que não houve diferença apreciável entre os valores obtidos para o coeficiente de encruamento do material testado em função do equipamento utilizado, já que os valores obtidos se situaram nas margens de erro do ensaio. Essa observação é relevante porque mostra que, embora tenham sido mantidas diferenças significativas no alongamento relativo máximo dos corpos de prova durante o ensaio, foi

possível notar boa aproximação para a relação entre tensão e deformação no regime plástico (para níveis inferiores ao LRT).

Figura 19 – Resultados de ensaios de tração realizados em corpos-de-prova tamanho padrão e miniaturizados com recozimento: (a) diagramas tensão-deformação de engenharia e (b) obtenção do coeficiente de encruamento.

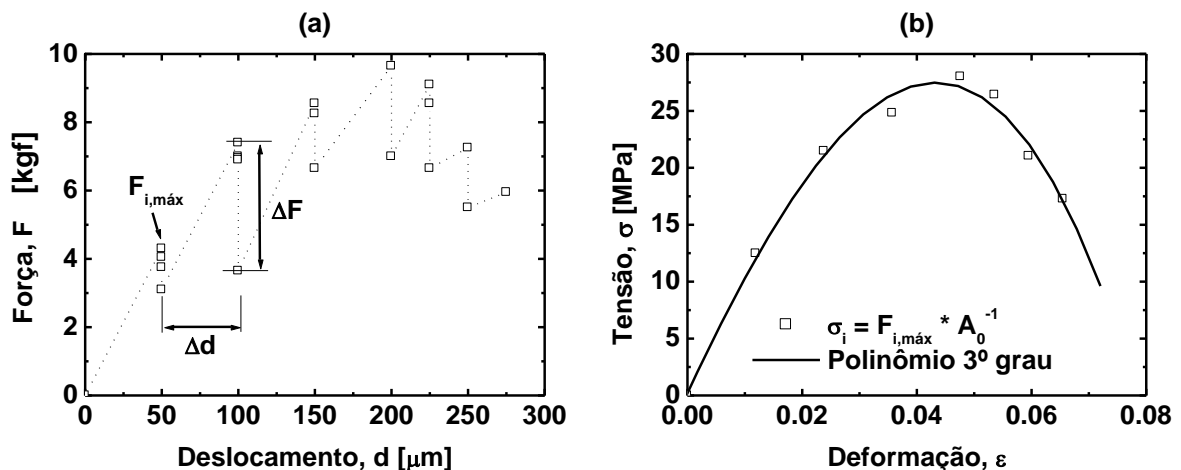


Fonte: Elaborado pelo autor

4.2 Comportamento mecânico dos materiais compósitos

Nas Figuras 20(a) e (b) são apresentadas, respectivamente, os diagramas Força-Deslocamento e Tensão-Deformação obtidos para uma amostra de referência (NC2), com o objetivo de se ilustrar o método empregado na determinação das propriedades mecânicas dos materiais testados no LNLS.

Figura 20 - Resultados obtidos dos ensaios de tração realizados *in-situ* na amostra NC2: (a) diagrama força-deslocamento e (b) diagrama tensão-deformação



Fonte: Elaborado pelo autor

Como se pode perceber pela análise da Figura 20(a), o alongamento do corpo de prova foi obtido por meio de incrementos (Δd) de 25 a 50 μm . O alongamento do material não foi realizado continuamente para permitir a aquisição das imagens de tomografia. Nos ensaios, foi possível notar que houve queda da força atuante no corpo-de-prova durante o tempo de permanência em cada passo, conforme *e.g.* Patterson *et al.* (2016), Rao *et al.* (2017) e Garcea *et al.* (2018), essa queda da carga provavelmente está relacionada ao comportamento reológico do material. Isso faz com que, para cada valor de alongamento i do corpo de prova, exista uma força máxima ($F_{i,\text{máx}}$). Considerando-se que o dano provocado no material durante a deformação seja determinado predominantemente pela força máxima observada para cada incremento Δd , e menos pela força registrada durante o relaxamento ($F_{i,\text{máx}} - \Delta F$), buscou-se gerar o diagrama tensão-deformação apresentado na Figura 20(b) a partir do quociente entre $F_{i,\text{máx}}$ e a área da seção transversal do corpo-de-prova, A_0 . As propriedades mecânicas foram, então, determinadas a partir da regressão polinomial (3º grau), onde a tenacidade foi obtida pela integração da curva tensão-deformação, e os resultados obtidos para cada material são apresentados na Tabela 2. Os diagramas tensão-deformação correspondentes às demais amostras são apresentados na Figura 21 (a-f).

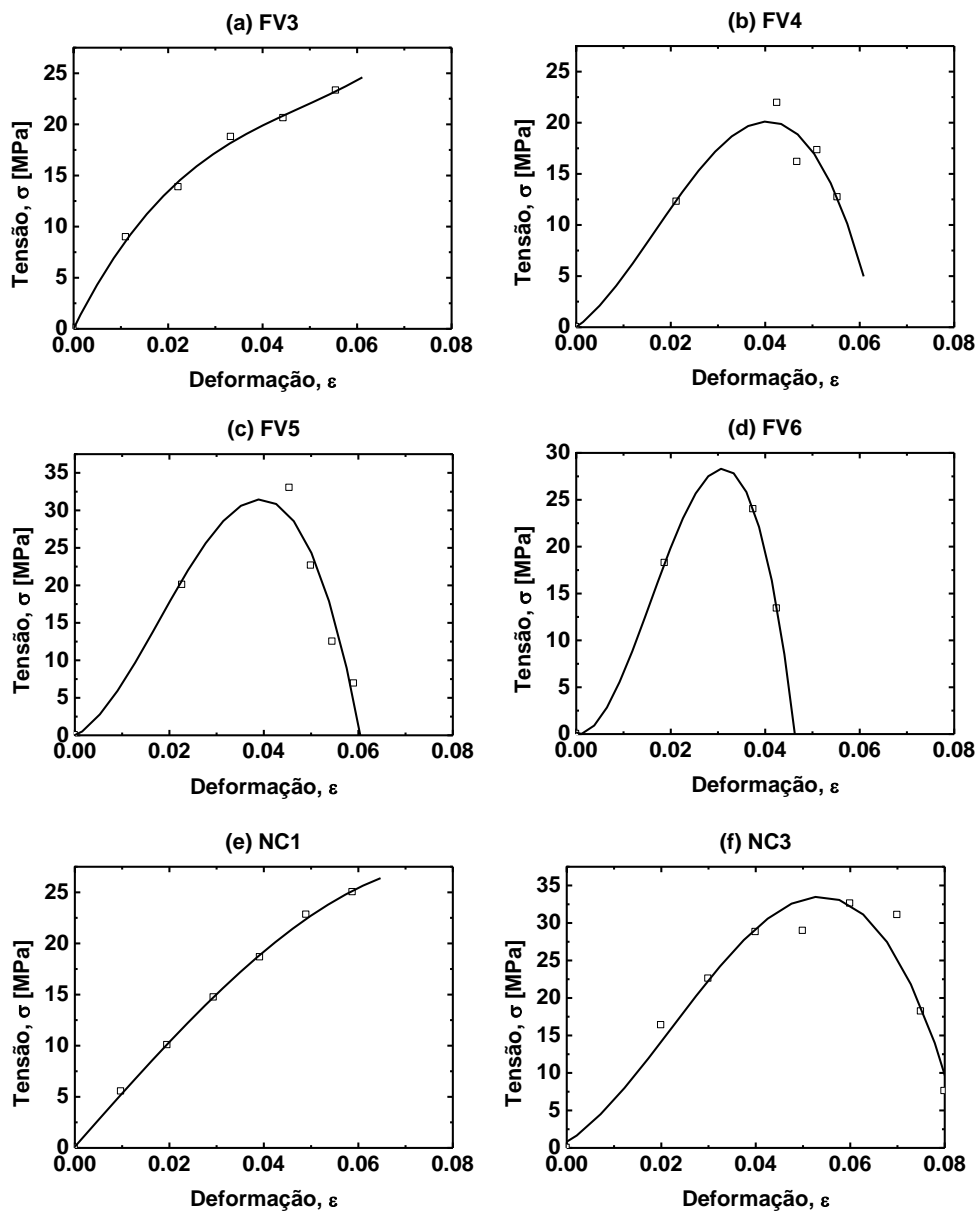
Tabela 2 – Síntese dos resultados dos ensaios de tração realizados *in-situ* durante ensaios MTX-S *in-situ* realizados na estação experimental IMX do LNLS

ID	LRT (MPa)	ε_{LRT} (%)	$\varepsilon_{\text{MÁX}}$ (%)	Tenacidade (J/mm^3)
FV3	23,30	5,56	5,56	0,820
FV4	21,93	4,26	5,53	0,710
FV5	33,00	4,55	5,91	1,081
FV6	23,99	3,75	4,25	0,661
NC1	25,02	5,88	5,88	0,826
NC2	28,01	4,76	6,55	1,284
NC3	32,58	6,00	8,00	1,717
NC4	26,52	6,00	9,38	1,317

Os resultados apresentados na Figura 21 e resumidos na Tabela 2 revelam uma tendência de melhoria na resistência à tração dos compósitos com reforço modificado pela adição de NTC. Observa-se que houve elevação, em valores médios, do LRT de 25,6, com desvio padrão de 5,04MPa, para 28,0 MPa, com desvio padrão de 3,26MPa, do alongamento máximo 5,3%, desvio padrão de 0,73%, para 7,4%, desvio padrão de 1,5%, e, na tenacidade à

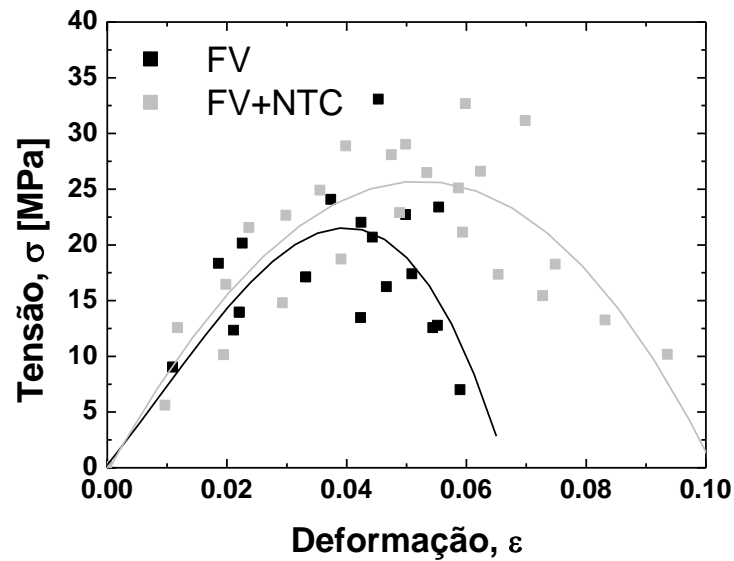
tração, o aumento foi de de $0,82 \text{ J/mm}^3$, desvio padrão de $0,18 \text{ J/mm}^3$, para $1,29 \text{ J/mm}^3$, desvio padrão de $0,36 \text{ J/mm}^3$. Essas constatações podem ser mais claramente visualizadas a partir da comparação direta dos resultados obtidos entre os dois conjuntos de amostras testados, que são apresentados na Figura 22. Na Figura 22, os pontos de todos os testes de tração encontram-se registrados em conjunto (o que justifica a elevada dispersão dos dados), sendo possível a comparação entre as propriedades por meio do polinômio de 3º grau utilizado para representar os dados. Em particular, é notável a elevação na capacidade de acumulação de energia de deformação dos compósitos modificados com NTC.

Figura 21 – Diagramas tensão deformação obtidos durante ensaios MTX-S *in-situ* realizados na estação experimental IMX do LNLS



Fonte: Dados da pesquisa

Figura 22 – Comparação das curvas médias tensão-deformação obtidos durante ensaios MTX-S *in-situ* realizados na estação experimental IMX do LNLS



Fonte: Dados da pesquisa

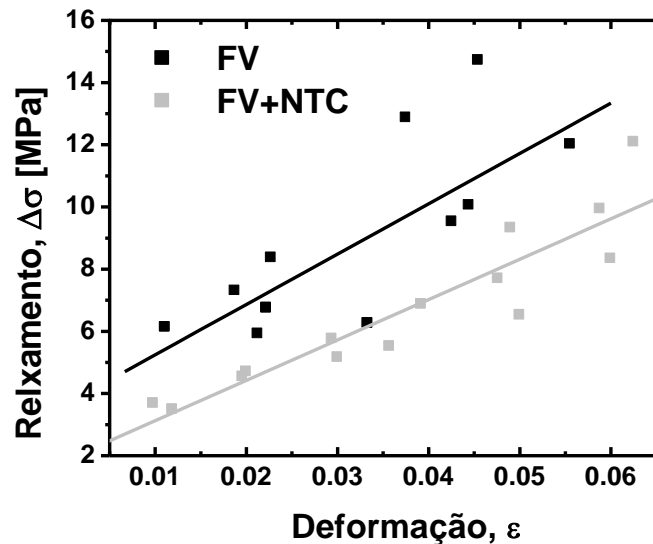
As mudanças notadas nas propriedades mecânicas pela modificação das fibras com NTC são consistentes com um aumento do nível de adesão entre as fibras de vidro e a matriz, proporcionando melhor transferência de tensões entre as fases durante o carregamento. No presente trabalho, os testes foram realizados em amostras miniaturizadas, de modo que os resultados numéricos obtidos para as propriedades mecânicas não podem ser adequadamente comparados de maneira direta com valores colhidos a partir do ensaio realizado em amostras padronizadas, devido a efeitos de tamanho e forma intrínsecos às amostras (SERGUEEVA *et al.*, 2009; KASHAEV *et al.*, 2013). Porém, em termos relativos, considerando-se a reprodutibilidade dos resultados observada para amostras metálicas (seção 4.1), é válido observar que a melhoria das propriedades mecânicas está de acordo com resultados anteriores (VITORINO e ORÉFICE, 2017), que compararam a resistência à flexão de compósitos com constituição idênticas aos do presente trabalho.

Foi possível notar, ainda, que a funcionalização das fibras com NTC induziu a uma modificação da relaxação das tensões observada com os incrementos de alongamento realizados durante o ensaio de tração, conforme apresentado na Figura 20(a). Na Figura 23, é apresentada a variação da relaxação de tensão ($\Delta\sigma$) correspondente a cada incremento de carga (ΔF), para os compósitos convencionais e modificados com NTC (sendo $\Delta\sigma$ simplesmente calculada pela razão entre ΔF e a área inicial do corpo de prova). Para gerar a Figura 23, assim como realizado para a Figura 22, foram utilizados os dados de todos os

ensaios em conjunto e, para que fosse possível a comparação entre os dois grupos de amostras, a partir da regressão linear dos dados.

Os resultados apresentados na Figura 23 revelam que, para todos os níveis de deformação a que foram submetidas as amostras ensaiadas, o relaxamento das tensões médias atuantes nos corpos de prova para cada incremento nível de deformação foi superior nos compósitos convencionais em comparação com os compósitos de fibra de vidro tratadas com NTC. Tal redução observada no nível de relaxamento das tensões é consistente com uma situação em que existe menor mobilidade relativa entre as fibras e matriz. Por sua vez, é possível se especular que essa diminuição de mobilidade seja resultado do aumento da adesão entre fibra e matriz, indicando que a adição de NTC contribuiu para o aprimoramento da compatibilidade das fases do compósito. Além disso, é interessante notar que essa observação está de acordo com os resultados previamente apresentados na Tabela 2 e na Figura 22, que indicaram melhoria do comportamento mecânico dos compósitos com a adição de NTC, o que também seria esperado com a melhoria da adesão interfacial.

Figura 23 – Comparação da relaxação das tensões durante durante ensaios MTX-S *in-situ* realizados na estação experimental IMX do LNL



Fonte: Dados da pesquisa

4.3 Avaliação das superfícies de fratura

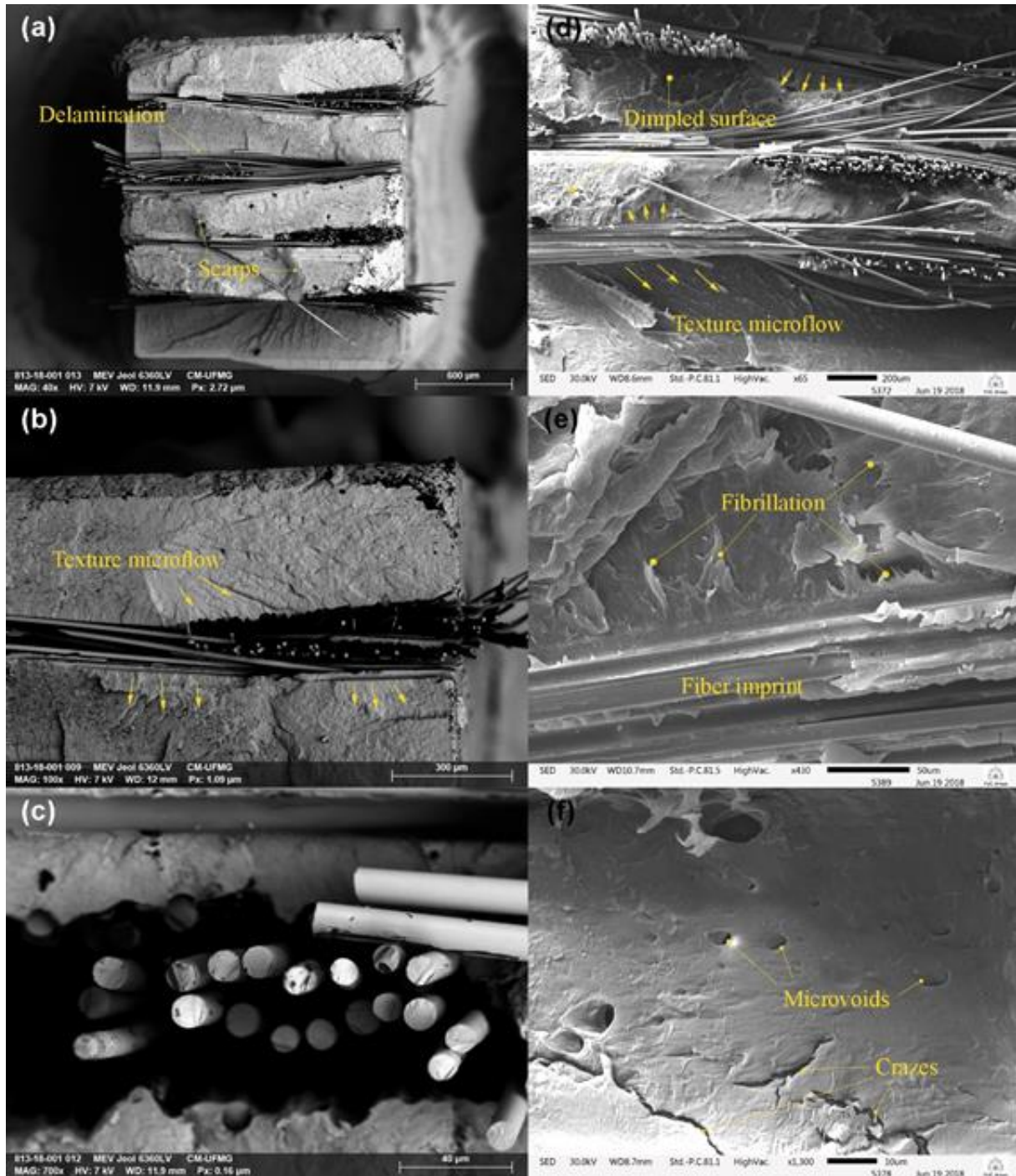
Na Figura 24(a-c) são apresentadas imagens obtidas por MEV da superfície de fratura de uma amostra não tratada com NTC após a realização do ensaio de tração *in situ* (a amostra

selecionada para análise foi a FV4, Tabela 1). Nas Figuras 24(a) e 24(c) visualiza-se a macroestrutura do compósito desenvolvido, composta de lâminas alternadas de polipropileno e fibras de vidro orientadas a 0 e 90° em relação à direção de aplicação de carga. O modo de falha dominante nessa amostra foi a delaminação na interface fibra/matriz, que se evidencia pelo fato de que a maioria das fibras encontra-se descolada da matriz. A matriz, em particular, exibe diversos sinais de fratura comuns a sólidos frágeis (GREENHALGH, 2009). É aparente, pela análise da Figura 24(b), o baixo nível de deformação plástica sofrida na matriz até a fratura. Além disso, é possível visualizar o efeito denominado *texture microflow*⁶, que se apresenta sob a forma de marcas na superfície criadas pela sobreposição de frentes de propagação de trinca (GREENHALGH, 2009). A maioria das trincas iniciou-se na interface fibra/matriz tendo se propagado através da matriz circundante em direções perpendiculares à direção de aplicação de carga. Isso pode ser depreendido pela presença de *scarps* ou planos de clivagem, indicados na Figura 24(b), estabelecidos pela convergência de planos de propagação de trinca adjacentes em um único plano, formando degraus na superfície. A etapa final da fratura caracteriza-se, por sua vez, pelo arrancamento das fibras longitudinais.

A superfície de fratura de uma amostra (NC4, Tabela 1) com reforço tratado com NTC é apresentada nas Figuras 24(d-f) em diferentes ampliações. A modificação da interface fibra/matriz pelo tratamento com NTC contribuiu para elevar a resistência à delaminação e, também, a capacidade de transferência de tensões através da interface, promovendo, consequentemente, a ampliação da dissipação de energia de fratura. Dessa forma, observou-se maior nível de deformação plástica na matriz, o que se evidencia pela elevação da rugosidade superficial (*dimpled surface*) em relação à amostra FV4 – compare-se, por exemplo, as imagens das Figuras 24(d) e 24(b). A constatação de que, na amostra tratada com NTC houve maior nível de deformação plástica na matriz de polipropileno é consistente com os resultados apresentados na Figura 22, em que se demonstrou a elevação da ductilidade do material. Foi possível colher evidências de três distintos mecanismos de aumento de tenacidade: fibrilação (*fibrillation*), formação de fendas (*crazing*) e coalescência de vazios (*microvoids*) (GREENHALGH, 2009). Apesar disso, características de fratura frágil, como a assinalada *texture microflow*, identificada na amostra FV4 tal como representada na Figura 24(b), também estiverem presentes na amostra NC4, como se pode perceber na Figura 24(d).

⁶Nesta seção do trabalho, foram preservados os termos em inglês utilizados para a identificação das características da superfície de fratura, já que os equivalentes em português não foram localizados.

Figura 24 – Imagens obtidas por MEV da superfície fraturada nas amostras FV4 (a, b, c) e NC4 (d, e, f) após a realização de ensaios de tração *in situ*.

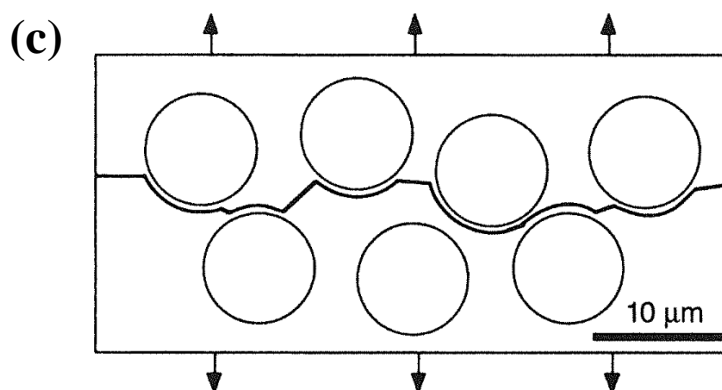
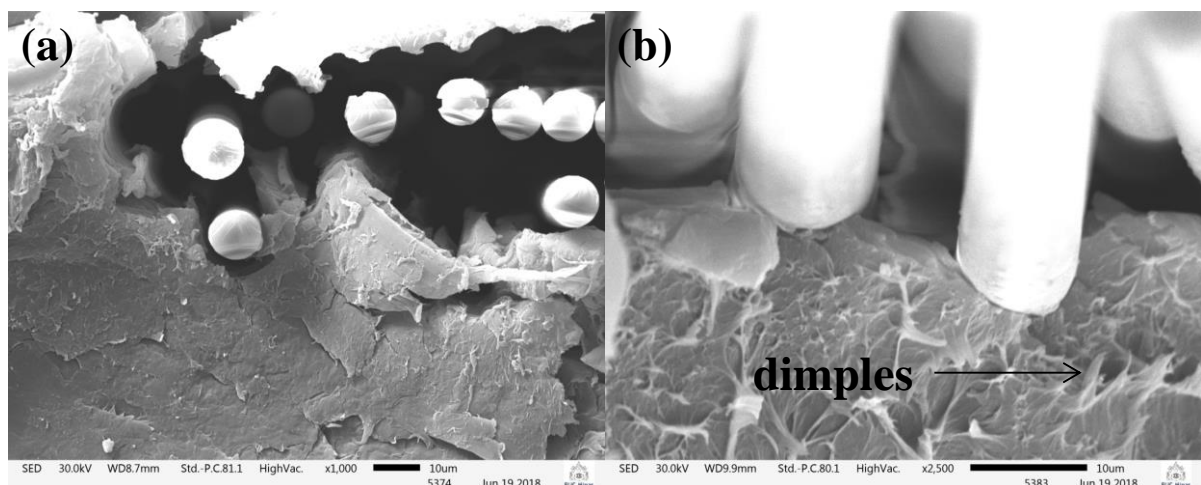


Fonte: Elaborado pelo autor

Para elucidação dos micromecanismos de fratura, foram registradas imagens com ampliações maiores, que são apresentadas nas Figuras 25(a) e (b) referentes à amostra NC2, que é representativa das demais. Nessas imagens, é reforçada a observação de que a maior parte das fibras é delaminada da matriz, Figura 25(a), embora algumas permaneçam aderidas

mesmo após a fratura, Figura 25(b). Além disso, na figura 25(b) é possível notar a presença de *dimples* na superfície da matriz ao redor das trincas, resultado da deformação plástica que antecedeu a ruptura do material. O aspecto micrográfico da fratura apresentado na Figura 25 é consistente com a fratura intralamelar e a evolução do dano ocorrendo de modo coerente através da matriz por entre as fibras, conforme representado esquematicamente na Figura 25(c). Nesse caso, a falha desenvolve-se devido à presença de tensões de tração transversais às fibras ou tensões de cisalhamento paralelas às mesmas (GREENHALGH, 2009). Cabe notar que o mecanismo de fratura intralamelar representado esquematicamente na Figura 25(c) parece atuar tanto nas fibras com orientação paralela ao carregamento, Figura 25(a-b) como nas fibras transversais, como se pode perceber pelas marcas deixadas na matriz pela remoção das fibras, evidenciadas na Figura 24(e).

Figura 25 – Visualização da superfície de fratura na amostra NC2, região da interface fibra/matriz: delaminação e arrancamento das fibras (a), fibras aderidas à matriz após a fratura (b) e mecanismo de propagação de trinca (c) (GREENHALGH, 2009).

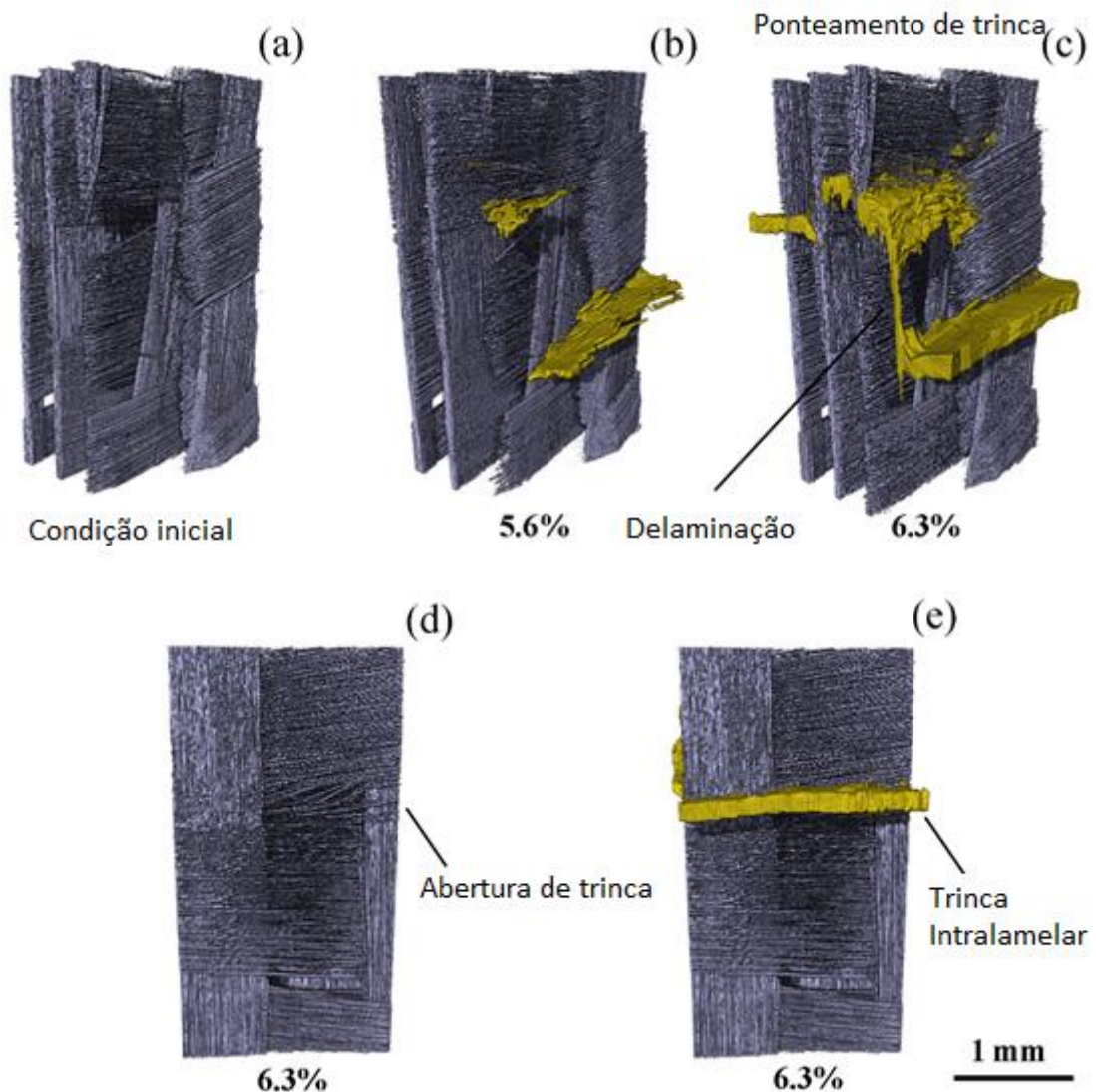


Fonte: Elaborado pelo autor (a, b); GREENHALGH, 2009 (c)

4.3 Visualização da evolução do dano

A evolução das trincas com o incremento de carga foi monitorada *in situ* para os compósitos desenvolvidos por meio de MTX-S, como descrito. Os defeitos volumétricos detectados foram segmentados através do módulo *interactive thresholding* do software FEI Avizo® 8.1. Devido ao seu baixo contraste, as trincas transversais tiveram que ser seleccionadas manualmente utilizando a ferramenta *lasso* com a opção *auto trace* ativada para permitir a identificação dos seus contornos. Imagens 3D dos compósitos não modificados diferentes níveis de deformação são apresentados na Figura 26.

Figura 26 – Desenvolvimento de trincas monitorado por MTX *in situ* durante carregamento incremental em compósito não tratado (FV4). Trincas representadas em amarelo.



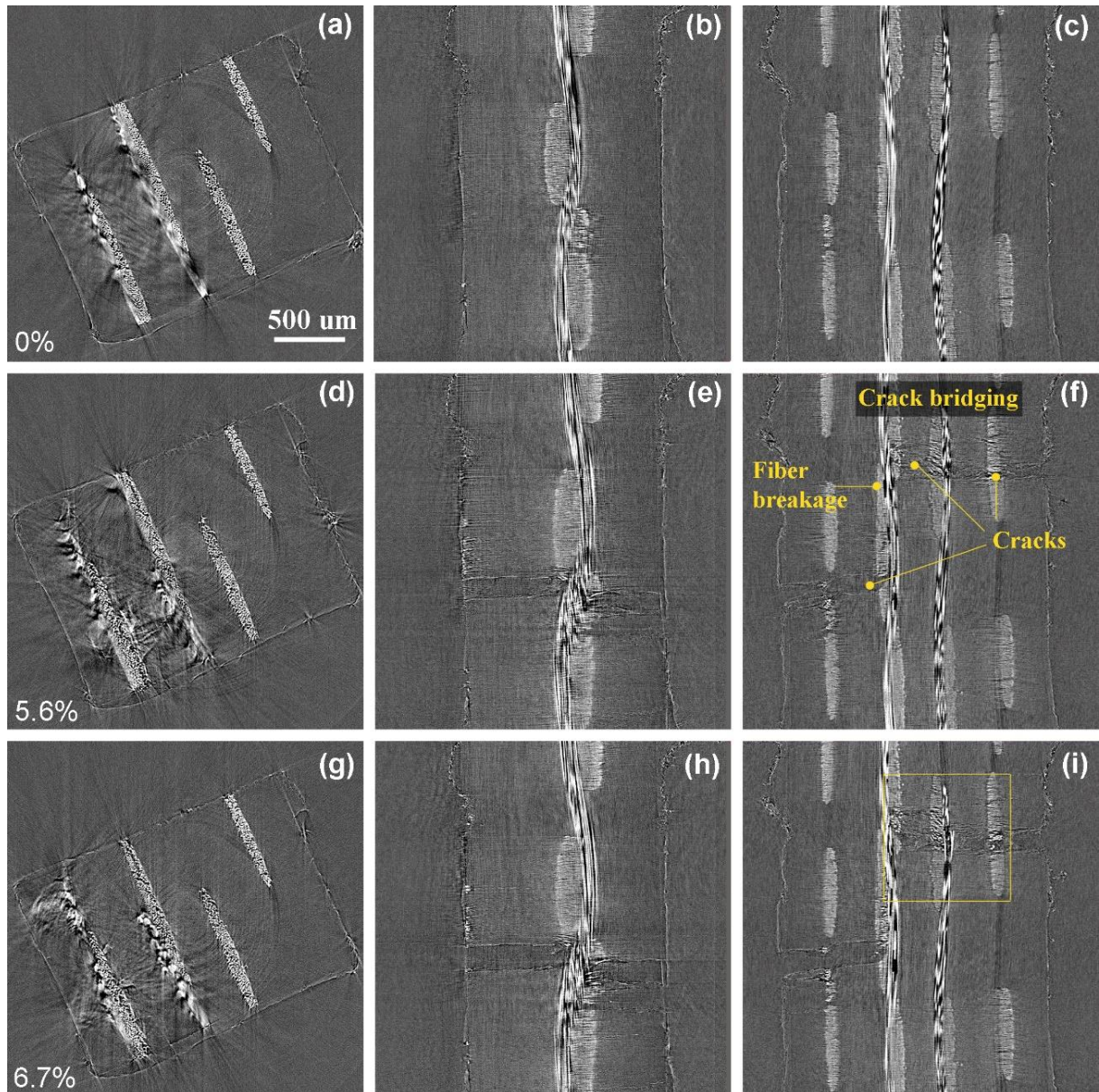
Fonte: Elaborado pelo autor

A ocorrência de modos específicos de dano pode ser visualizada a partir de vistas ortogonais do volume amostrado, que são apresentadas na Figura 27. Conforme observado nos comentários à Figura 25, o aspecto da superfície de fratura mostrou-se consistente com a separação das fibras (fratura intralamelar), o que ocorre devido à falha da interface fibra/matriz. O rompimento das fibras com orientação paralela à direção do carregamento também ocorreu durante o carregamento, porém como eventos isolados sem correlação com a nucleação ou desenvolvimento de trincas transversais, como se pode perceber para a deformação de 5,6% na Figura 27(f). Com o aumento do nível de deformação durante o ensaio, notou-se a ocorrência de ponteamto de trincas (*crack bridging*), fenômeno caracterizado pela restrição à propagação do defeito devido à presença de fibras íntegras localizadas aquém da ponta da trinca (BAO e SUO, 1992), conforme ilustrado esquematicamente na Figura 28. O fenômeno de ponteamto de trincas foi notado entre as trincas transversais à matriz, estendendo-se através da espessura da amostra (modo de falha tipo I) (GREENHALGH, 2009).

Nas Figuras 29 e 30 apresenta-se a análise realizada por MTX-S para o compósito tratado com NTC (amostra NC4). Na Figura 29(a-c) são apresentadas imagens da microestrutura 3D obtidas durante o ensaio de tração para níveis de deformação de 0, 6,3 e 9,4%, respectivamente. Nessas imagens, as regiões de descontinuidades (trincas) aparecem de cor amarela, da mesma forma como realizado nas imagens da Figura 26, que ilustram a microestrutura do compósito que não foi tratado com NTC. Nas Figuras 29(d-e), por sua vez, apresenta-se a microestrutura do compósito NC4 sem o realce de cor identificando a formação de trincas, para evidenciar o efeito de separação das fibras ocasionado pelo crescimento de trincas. Na Figura 30, de forma equivalente ao realizado para a amostra FV4 (Figura 27), são apresentadas vistas ortogonais correspondentes aos mesmos níveis de deformação analisados na Figura 25: 0, 6,3 e 9,4%. Por meio da análise das Figuras 29 e 30, é possível perceber que a falha no ensaio de tração realizado na amostra tratada com NTC também foi precedida pela formação de trincas na matriz ao longo da direção transversal ao carregamento. Apesar disso, as imagens obtidas revelam diferenças nos mecanismos de evolução de dano observados na amostra não tratada (FV4) e tratada com NTC (NC4). Devido à elevada sensibilidade do sistema de aquisição de imagens, foi possível detectar a formação de fendas (*crazing*) no compósito tratado com NTC, conforme apontado nas Figuras 29(b-c) e 30(f), em que se pode perceber o aumento da separação das fibras transversais à direção de carregamento de acordo com o nível de deformação. O surgimento de fendas (*crazes*) está associado à dissipação de elevadas quantidades de energia, o que levaria à redução da taxa de crescimento de trincas

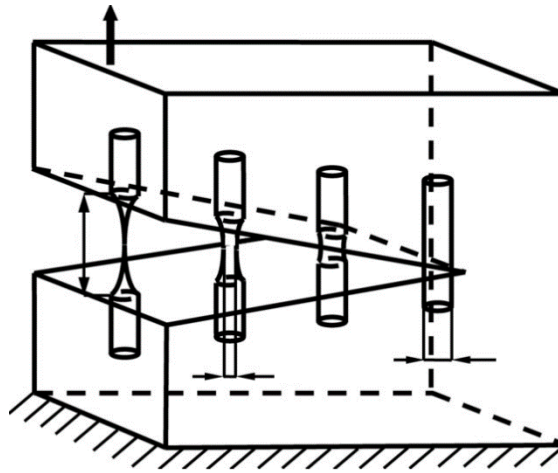
(SPERLING, 2006). Antes de atingido o ponto de fratura, o arrancamento de fibras e a formação de vazios também foram detectados na superfície de fratura na Figura 30(f), em acordo com as imagens da superfície de fratura apresentadas na Figura 24.

Figura 27 – Vistas ortogonais obtidas por MTX *in situ* do compósito não tratado (amostra FV4) para níveis crescentes de deformação: condição inicial (a-c), deformação de 5,6% (d-f) e deformação de 6,7% (g-i).



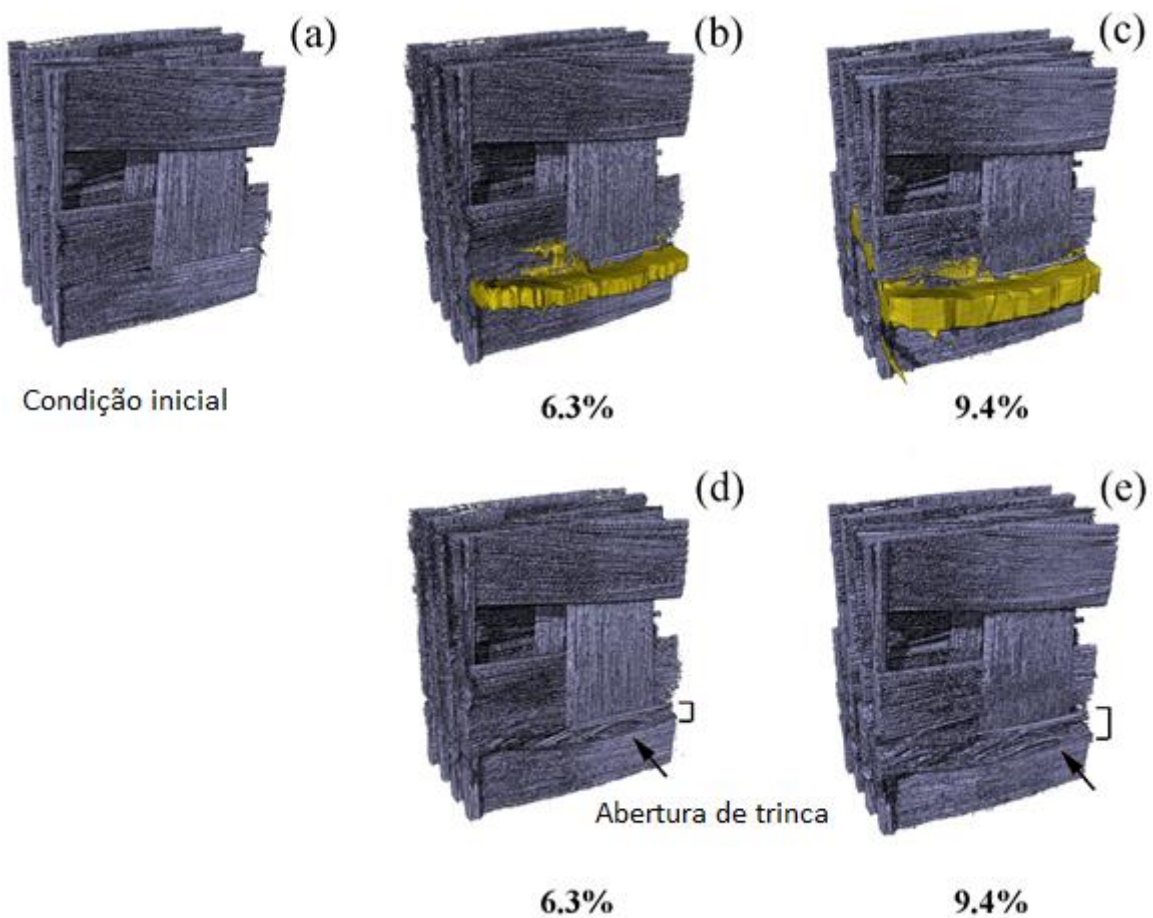
Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 28 – Representação do fenômeno de ponteamento de trinca (*crack bridging*) por meio de ligamentos ou fibras que se deformam plasticamente no rastro da trinca.



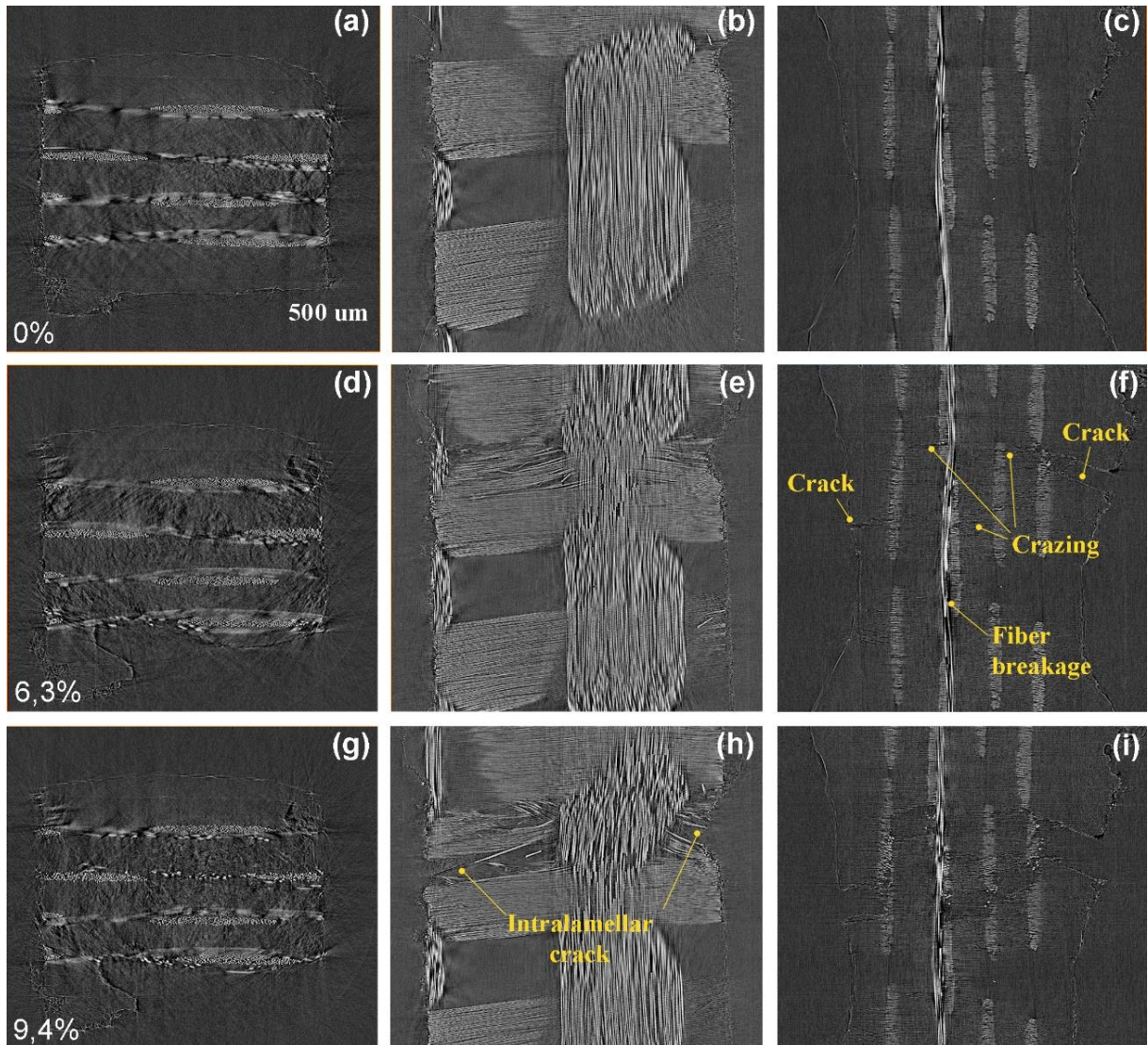
Fonte: Poniznik *et al.*, 2017

Figura 29 - Desenvolvimento de trincas monitorado por MTX *in situ* durante carregamento incremental em compósito tratado com NTC (amostra NC4). Trincas representadas em amarelo.



Fonte: Elaborado pelo autor

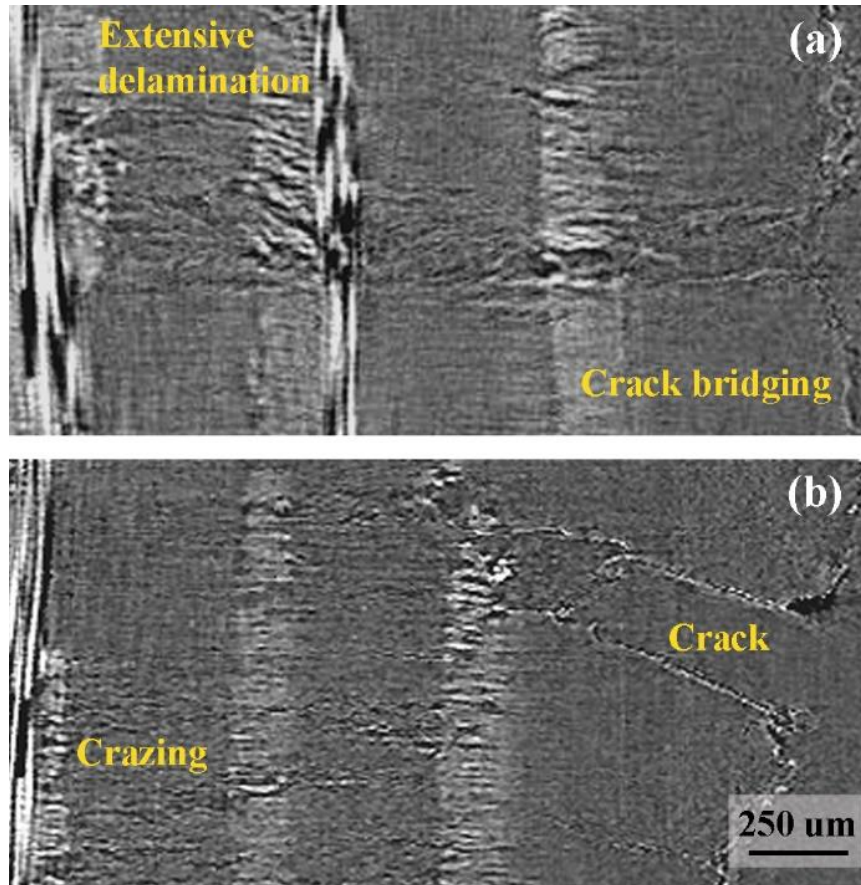
Figura 30 - Vistas ortogonais obtidas por MTX *in situ* do compósito não tratado (amostra NC4) para níveis crescentes de deformação: condição inicial (a-c), deformação de 6,3% (d-f) e deformação de 9,4% (g-i).



Fonte: Elaborado pelo autor

Uma comparação dos mecanismos de acúmulo de dano nos compósitos tratados com NTC e não tratados para níveis intermediários de deformação é realizada na Figura 31. É possível notar claramente que, para níveis similares de deformação (6,7% para a amostra não tratada e 6,3% para a amostra tratada com NTC), a interface fibra/matriz apresentou maior coesão após o tratamento da superfície das fibras com NTC. Na amostra não tratada, ocorre delaminação das fibras e coalescência dos pontos de fratura, Figura 31(a), enquanto a falha na amostra tratada com NTC deu-se de maneira difusa pela abertura de fendas (*crazing*) ao longo da matriz do material, Figura 31(b).

Figura 31 – Comparação entre os mecanismos de acúmulo de dano em compósitos não tratados (a) e tratados com NTC (b), nos níveis de deformação de 6,7% e 6,3%, respectivamente. Legenda: *Extensive delamination* (delaminação intensa), *Crack bridging* (ponteamto de trinca), *crazing* (formação de fissuras), *crack* (trinca).



Fonte: Elaborado pelo autor

De maneira geral, pelos resultados obtidos, foi possível perceber que o equipamento desenvolvido é adequado à finalidade a que se propõe, uma vez que foi possível, em conjugação com a aplicação de técnicas de análise de imagens, obter as informações almejadas acerca da evolução do dano em materiais compósitos. Por meio da análise de falha dos compósitos poliméricos desenvolvidos, foi possível obter informações relevantes e originais acerca da evolução do dano e dos mecanismos de dissipação de energia de deformação durante carregamento uniaxial de tração. A extensa delaminação observada no caso dos compósitos não tratados constitui uma evidência direta da reduzida coesão interfacial entre fibras e matriz. No caso dos compósitos reforçados com NTC, a resistência à delaminação, particularmente no modo I de falha induziu a efeitos retardamento na propagação de trinca. A deformação plástica ao redor da ponta da trinca ocasiona a redução dos níveis de concentração de tensão que, por sua vez, levam a significativas reduções na taxa

de crescimento de trinca. Os resultados obtidos demonstram que a aplicação de NTC constitui uma abordagem promissora para melhorar a tenacidade e ductilidade de compósitos de polipropileno reforçados por fibras de vidro.

5 CONCLUSÕES

No presente trabalho, foi desenvolvido um equipamento para realização de ensaios de tração em corpos de prova miniaturizados, envolvendo a instalação de toda instrumentação necessária à sua operação, circuitos auxiliares para condicionamento de sinais de entrada, bem como a integração com *software* programado para ser executado em ambiente *Windows*, com o objetivo de permitir a aquisição e exportação dos dados medidos. Buscou-se demonstrar a viabilidade da utilização do equipamento desenvolvido empregando-o em uma aplicação que prescinde de amostras de tamanho reduzido: execução de ensaios *in situ* utilizando microtomografia de raios-X síncrotron (que requer a adequação do equipamento utilizado às dimensões da estação experimental) além do teste em amostras não convencionais, produzidas em escala de laboratório, o que impôs restrições à quantidade de material disponível para confecção de corpos de prova de tamanho padrão.

As condições gerais de operação do equipamento foram avaliadas, primeiramente, com a realização de ensaios de tração em amostras miniaturizadas de cobre, por meio dos quais se pôde atestar a reprodutibilidade do equipamento desenvolvido (com desvio-padrão médio inferior a 5% para o limite de escoamento e limite de resistência à tração do material testado). Os resultados referentes à resistência mecânica obtidos no equipamento desenvolvido exibiram, também, boa correlação com os resultados dos ensaios realizados em equipamentos convencionais para amostras de cobre testadas no estado recozido. Apesar disso, é importante observar que houve discrepâncias significativas entre os corpos de prova das diferentes classes testadas no que diz respeito ao alongamento relativo máximo do ensaio.

Os ensaios de tração *in situ*, com monitoramento da microestrutura 3D do material durante o carregamento, foram realizados em dois grupos de amostras. O primeiro grupo foi constituído por corpos de prova com matriz de polipropileno reforçados com fibra de vidro foram fabricados pelo método LbL. No segundo grupo, foram utilizados corpos de prova preparados segundo o mesmo procedimento, com a diferença de que superfície das fibras de vidro foi modificada pela imersão em solução contendo uma dispersão de NTC. O objetivo dessa funcionalização das fibras foi de se avaliar a possibilidade de melhoria da coesão na interface fibra/matriz, com ganho no comportamento mecânico dos materiais.

O equipamento desenvolvido demonstrou-se adequado à avaliação da resistência mecânica dos materiais utilizados, tendo exibido suficiente reprodutibilidade de resultados para o mesmo grupo de amostras. Além disso, observa-se que os resultados obtidos pelo uso do equipamento desenvolvido permitiram a diferenciação das características mecânicas dos

dois grupos de amostras. Nesse sentido, destaca-se que o tratamento superficial das fibras de vidro com NTC levou à melhoria do comportamento mecânico dos compósitos desenvolvidos, com elevação do limite de resistência à tração, ductilidade e tenacidade do material. Em especial, destaca-se que a elevação no nível de deformação plástica nas amostras tratadas com NTC pôde ser confirmada pela análise da superfície de fratura dos materiais testados, em que foi possível detectar a presença de características que denotam elevação de tenacidade, tais como fibrilação, formação de fendas, coalescência de vazios e presença de *dimples*.

O acompanhamento da microestrutura dos materiais por MTX-S durante o carregamento permitiu, por sua vez, a descrição qualitativa dos mecanismos de evolução do dano nos materiais, culminando no ponto de fratura. Destaca-se que a interface fibra/matriz apresentou maior nível de coesão no caso das amostras que receberam tratamento com NTC, o que justifica a elevação da tenacidade desses materiais em relação às amostras convencionais (não tratadas).

6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

As continuações ao presente trabalho podem ser divididas em três categorias, que são:

- A) Aperfeiçoamentos no equipamento desenvolvido: De modo a ampliar as possibilidades de investigação científica em corpos de prova miniaturizados, novas funcionalidades podem ser incorporadas ao equipamento desenvolvido para permitir, por exemplo, a realização de ensaios mecânicos em altas temperaturas e/ou diferentes meios para estudo da influência do ambiente no comportamento mecânico e nos mecanismos de evolução de dano dos materiais testados.

- B) Aplicação do equipamento desenvolvido em outros tipos de materiais: O desenvolvimento de materiais compósitos é uma das áreas de maior destaque atualmente no campo da Ciência e Engenharia de Materiais. Dessa forma, a avaliação do comportamento mecânico e dos mecanismos de evolução de dano desses materiais constitui um esforço continuado da comunidade científica, considerando-se relevantes os trabalhos voltados para a caracterização de novos materiais. Além disso, destaca-se a possibilidade do estudo de propriedades mecânicas localizadas em outras classes de materiais ou componentes mecânicos, como por exemplo: avaliação da resistência à tração em cordões de solda (ou nas regiões afetadas pelo calor em uma junta soldada), avaliação da resistência à tração em blanques obtidos por conformação mecânica, com distribuição heterogênea de deformações, entre outros.

- C) Teste e validação de novas formas de ensaio no equipamento desenvolvido: No presente trabalho, o equipamento desenvolvido foi aplicado para o levantamento da resistência à tração de compósitos poliméricos. Porém, a realização de ensaios de compressão e fadiga (de baixo ciclo) também são possíveis bastando, para tanto, realizar as implementações em *software* para controle apropriado dos acionamentos da máquina. Assim, novas investigações são possíveis para as mesmas classes de materiais já desenvolvidas ou para outros tipos de materiais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLAOUI, A., BAI, S., CHENG, H. H., BAI, J. B., Mechanical and electrical properties of a MWNT/epoxy composite, **Composites Science and Technology**, v. 62, p. 1993-1998, 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E8/E8M-16**: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, West Conshohocken: ASTM International, 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D3039/M3039M-17**: Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, West Conshohocken: ASTM International, 2017.

AROUSH, D. R. -B., MAIRE, E., GAUTHIER, C., YOUSSEF, S., CLOETENS, P., WAGNER, H. D., A study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography, **Composites Science and Technology**, v. 66, p. 1348-1353, 2006.

ASL, M. N., SADREMOMTAZ, A., Analytical image reconstruction methods in emission tomography, **Journal of Biomedical Science and Engineering**, v. 6, n. 1, p. 100-107, 2013.

AWAJA, F., ZHANG, S., TRIPATHI, M., NIKIFOROV, A., PUGNO, N., Cracks, microcracks and fracture in polymer structures: Formation, detection, autonomic repair, **Progress in Materials Science**, v. 83, p. 536-573, 2016.

BABIKIAN, R., LUKACHKO, S. P., WAITZ, I. A. The historical fuel efficiency characteristics of regional aircraft from technological, operational, and cost perspectives. **Journal of Air Transport Management**, v. 8, n. 6, p. 389-400, 2002.

BAO, G., SUO, Z., Remarks on crack-bridging concepts, **Applied Mechanical Reviews**, v. 45, n. 8, p. 355-357, 1992.

BÖHM, J., GRUBER, P., SPOLENAK, R., STIERLE, A., WANNER, A., ARZT, E., Tensile testing of ultrathin polycrystalline films: A synchrotron-based technique, **Review of Scientific Instruments**, v. 75, n. 4, p. 1110-1119, 2004.

BROWN, P. S., BHUSHAN, B., Mechanically durable, superoleophobic coatings prepared by layer-by-layer technique for anti-smudge and oil-water separation, **Scientific Reports**, v. 5, n. 1, p. 8701.

BUFFIERE, J. Y., FERRIE, E., PROUDHON, H., LUDWIG, W. Three-dimensional visualisation of fatigue cracks in metals using high resolution synchrotron X-ray microtomography. **Materials Science and Technology**, v. 22, n. 9, p. 1019-1024, 2006.

BUGELNIG, K., SKET, F., GERMANN, H., STEFFENS, T., KOOS, R., WILDE, F., BOLLER, E., REQUENA, G., Influence of 3D connectivity of rigid phases on damage evolution during tensile deformation of an AlSi12Cu4Ni2 piston alloy, **Materials Science & Engineering A**, v., 709, p. 193-202, 2018.

CARDOSO, P. E.C., BRAGA, R. R., CARRILHO, M. R. O., Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems, **Dental Materials**, v. 14, n. 6, p. 394-398, 1998.

CROOM, B., WANG, W. M., LI, J., LI, X., Unveiling 3D deformations in polymer composites by coupled micro X-ray computed tomography and volumetric digital image correlation. **Experimental Mechanics**, v. 56, n. 6, p. 999-1016, 2016.

DIETER, G. E., **Mechanical Metallurgy**, 3rded. New York: McGraw-Hill, 1988.

DOBI, D., JUNGHANS, E., Determination of the tensile properties of specimens with small dimensions, **Kovine, Zlitine, Tehnologije**, v. 33, n. 6, p. 451-457, 1999.

DZIECIOL, K., BORBÉLY, A., SKET, F., ISAAC, A., DI MICHIEL, M., CLOETENS, P., BUSLAPS, Th., PYZALLA, A. R. Void growth in copper during high-temperature power law creep. **Acta Materialia**, v. 59, n. 2, p. 671-677, 2011.

GARCEA, S. C., WANG, Y., WITHERS, P. J., X-ray computed tomography of polymer composites, **Composites Science and Technology**, v. 156, p. 304-319, 2018.

GÄRTNER, F., STOLTENHOFF, T., VOYER, J., KREYE, H., RIEKHER, S., KOÇAK, M., Mechanical properties of cold-sprayed and thermally sprayed copper coatings, **Surface and Coatings Technology**, v. 200, n. 24, p. 6770-6782, 2006.

GEANDIER, G., THIAUDIÈRE, D., RANDRIAMAZAORO, R. N., CHIRON, R., DJAZIRI, S., LAMONGIE, B., DIOT, Y., LE BOURHIS, E., RENAULT, P. O., GOUDEAU, P., BOUAFFAD, A., CASTELNAU, O., FAURIE, D., HILD, F., Development of a synchrotron biaxial tensile device for in situ characterization of thin films mechanical response, **Review of Scientific Instruments**, v. 81, 103903, 2010.

GODARA, A., RAABE, D., BERGMANN, I., PUTZ, R., MÜLLER, U., Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation, **Composites Science and Technology**, v. 69, p. 139-146, 2009.

GOJNY, F. H., WICHMANN, M. H. G., KÖPKE, U., FIEDLER, B., SCHULTE, K., Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content. **Composites Science and Technology**, v. 64, n. 15, p. 2363-2371, 2004.

GREENHALGH, E. S., **Failure analysis and fractography of polymer composites**. 1^a ed. Woodhead Publishing, 2009.

KARGER-KOCSIS, J., MAHMOOD, H., PEGORETTI, A., Recent advances in fiber/matrix interphase engineering for polymer composites, **Progress in Materials Science**, v. 73, p. 1-43, 2015.

HABOUB, A., BALE, H. A., NASIATKA, J. R., COX, B. N., MARSHAL, D. B., RITCHIE, R. O., MACDOWELL, A. A., Tensile testing of materials at high temperatures above 1700 °C with in situ synchrotron X-ray micro-tomography, **Review of Scientific Instruments**, v. 85, 083702, 2014.

HERMAN, G. T. **Image Reconstruction from Projections: The Fundamentals of Computerized Tomography**, Academic, New York, 1980.

ISAAC, A., DZIECIOL, K., SKET, F., BORBÉLY, A. *In-Situ* Microtomographic Characterization of Single-Cavity Growth During High-Temperature Creep of Leaded Brass. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 10, p. 3022-3030, 2011.

^aISAAC, A., SKET, F., BORBÉLY, A., SAUTHOFF, G., PYZALLA, A. Study of cavity evolution during creep by synchrotron microtomography using a volume correlation method. **Praktische Metallographie**, v. 45, p. 242-245, 2008.

^bISAAC, A., SKET, F., REIMERS, W., CAMIN, B., SAUTHOFF, G., PYZALLA, A. In situ 3D quantification of the evolution of creep cavity size, shape, and spatial orientation using synchrotron X-ray tomography. **Materials Science and Engineering A**, v. 478, n. 1-2, p. 108-118, 2008.

^cISAAC, A., DZIECIOL, K., SKET, F., DI MICHIEL, M., BUSLAPS, T., BORBÉLY, A., PYZALLA, A. R. Investigation of creep cavity coalescence in brass by in-situ synchrotron X-ray microtomography. In: **SPIE Optics and Photonics**, 2008, San Diego. Proceedings. San Diego, 2008.

ISAAC, Augusta. **In-Situ Tomographic Investigation of Creep Cavity Evolution in Brass**. 2009. 97f. Tese (Doutorado) – Ruhr-Universität Bochum, Fakultät für Maschinenbau (Faculdade de Engenharia Mecânica), Bochum.

JONES, R. M., **Mechanics of Composite Materials**, 2^aed. Taylor & Francis, 1999.

JOOST, W. J. Reducing vehicle weight and improving U.S. energy efficiency using integrated computational materials engineering. **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 64, n. 9, p. 1032-1038, 2012.

KASHAEV, N., HORSTMANN, M., VENTZKE, V., RIEKHER, S., HUBER, N., Comparative study of mechanical properties using standard and micro-specimens of base

materials Inconel 625, Inconel 718 and Ti-6Al-4V, **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 1, p. 43-47, 2014.

KUMAR, K., POOLEERY, A., MADHUSOODANAN, K., SINGH, R. N., CHAKRAVARTTY, J. K., DUTTA, B. K., SINHA, R. K., Use of Miniature Tensile Specimen for Measurement of Mechanical Properties, **Procedia Engineering**, v. 86, p. 899-909, 2014.

KUMAR, K., MADHUSOODANAN, K., SINGH, R. N., Miniature test techniques for life management of operating equipment, **Nuclear Engineering and Design**, v. 323, p. 345-358, 2017.

LIU, H., SHEN, Y., YANG, S., ZHENG, P., ZHANG, L., A comprehensive solution to miniaturized tensile testing: Specimen geometry optimization and extraction of constitutive behaviors using inverse FEM procedure, **Fusion Engineering and Design**, v. 121, p. 188-197, 2017.

LUCAS, G. E., Review of small specimen test techniques for irradiation testing, **Metallurgical Transactions A**, v. 21A, p. 1105-1119, 1990.

LUDWIG, W., BUFFIÈRE, J-Y., SAVELLI, S., CLOETENS, P. Study of the interaction of a short fatigue crack with grain boundaries in a cast Al alloy using X-ray microtomography. **Acta Materialia**, v. 51, n. 3, p. 585-598, 2003.

MAIRE, E., WITHERS, P. J., Quantitative X-ray tomography, **International Material Reviews**, v. 59, n. 1, p. 1-43, 2014.

MAIRE, E., BUFFIÈRE, J. -Y., SALVO, L., BLANDIN, J. J., LUDWIG, W., LÉTANG, J. M., On the application of x-ray microtomography in the field of materials science. **Advanced Engineering Materials**, v. 3, n. 8, p. 539-546, 2001.

MATZENMILLER, A., LUBLINER, J., TAYLOR, R. L. A constitutive model for anisotropic damage in fiber-composites. **Mechanics of Materials**, v. 20, n. 2, p. 125-152, 1995.

MENDELSON, A., **Plasticity: Theory and Applications**, 1ªed., New York: The Macmillan Company, 1968.

MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K., **Princípios de Metalurgia Mecânica**, São Paulo: Blucher, 1982.

MIQUELES, E. X., HELOU, E. S., Fast backprojection operator for synchrotron tomographic data. In: European Consortium for Mathematics in Industry. **Anais...** p. 243-252, 2014.

NAEBE, O., ABOLHASANI, M. M., KHAYYAM, H., AMINI, A., FOX, B., Crack Damage in Polymers and Composites: A Review, **Polymer Reviews**, v. 56, p. 31-69, 2016.

ORÉFICE, R., WEST, J., LATORRE, G., HENCH, L., BRENNAN, A. Effect of long-term in vitro testing on the properties of bioactive glass-polysulfone composites, **Biomacromolecules**, v. 11, n. 3, p. 657-665, 2010.

PAKDIL, M., ÇAM, G., KOÇAK, M., ERIM, S., Microstructural and mechanical characterization of laser beam welded AA6056 Al-alloy, **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 24, p. 7350-7356, 2011.

PATTERSON, B. M., CORDES, N. L., HENDERSON, K., WILLIAMS, J. J., STANNARD, T., SINGH, S. S., OVEJERO, A. R., XIAO, X., ROBINSON, M., CHAWLA, N. In situ X-ray synchrotron tomographic imaging during the compression of hyper-elastic polymeric materials, **Journal of Materials Science**, v. 51, p. 171-187, 2016.

PONIŹNIK, Z., Z. NOWAK, AND M. BASISTA. Numerical modeling of deformation and fracture of reinforcing fibers in ceramic-metal composites, **International Journal of Damage Mechanics**, v. 26, n. 5, p. 711-734, 2017.

PYZALLA, A. R., CAMIN, B., BUSLAPS, T., KAMINSKI, H., KOTTAR, A., PERNACK, A., REIMERS, W. Simultaneous tomography and diffraction analysis of creep damage, **Science**, v. 308, n. 5718, p. 92-95, 2005.

PYZALLA, A. R., ISAAC, A. Combined Diffraction and Tomography, in: Reimers W, Pyzalla AR, Schreyer A, Clemens H, **Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials: From Fundamentals to Material and Component Characterization**, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2008.

RAO, G., AMIRKHANOV, A., SALABERGER, D., HEINZL, C., KASTNER, J., Damage characterization in SFRP using X-ray computed tomography after application of incremental an interrupted in situ quasi static tensile loading, In: 7th Conference on Industrial Computed Tomography, **Anais...** Leuven (Bélgica), 2017.

RADON, J. Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten, **Berichte über die Verhandlungen der Königlich-Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften zu Leipzig, Mathematisch-Physische Klasse**, v. 69, p. 262-277, 1917.

RITCHIE, R. O., Mechanisms of fatigue crack propagation in metals, ceramics and composites: role of crack tip shielding, **Materials Science and Engineering A**, v. 103, p. 15-28, 1988.

ROLLAND, H., SAINTIER, N., WILSON, P., MERZEAU, J., ROBERT, G., In situ X-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics: effect of fibre orientation and relative humidity, **Composites Part B: Engineering**, v. 109, p. 170-186, 2017.

SERGUEEVA, A. V., ZHOU, J., MEACHAM, B. E., BRANAGAN, B. J., Gage length and sample size effect on measured properties during tensile testing, **Materials Science and Engineering: A**, v. 526, p. 79-83, 2009.

SHARMA, S. P., LAKKAD, S. C., Effect of CNTs growth on carbon fibers on the tensile strength of CNTs grown carbon fiber-reinforced polymer matrix composites, **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 42, n. 1, p. 8-15, 2011.

SIDDIQUI, N. A., LI, E. L., SHAM, M. L., TANG, B. Z., GAO, S. L., MÄDER, E., KIM, J. K., Tensile strength of glass fibres with carbon nanotube-epoxy nanocomposite coating: effects of CNT morphology and dispersion state, **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 41, n. 4, p. 539-548, 2010.

SINGH, S. S., WILLIAM, J. J., HRUBY, P., XIAO, X., DE CARLO, F., CHAWLA, N., In situ experimental techniques to study the behavior of materials using X-ray synchrotron tomography, **Integrating Materials and Manufacturing Innovations**, v. 3, n. 1, p. 9, 2014.

SKET, F., DZIECIOL, K., ISAAC, A., BORBÉLY, A., PYZALLA, A. R. Tomographic method for evaluation of apparent activation energy of steady-state creep. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 7-8, p. 2112-2120, 2010.

SPERLING, L. H., **Introduction to Physical Polymer Science**, 4^aed., New York: John Wiley & Sons, 2006.

STRNADEL, B., BRUMEK, J., The size effect in tensile test of steels, **in: Proceedings of the ASME 2013 Pressure Vessels and Piping Conference**, Paris, 14 a 18 de Julho de 2013.

TAMRAKAR, S., AN, Q., THOSTENSON, E. T., RIDER, A. N., HAQUE, B. Z., GILLESPIE, J. W., Tailoring interfacial properties by controlling carbon nanotube coating thickness on glass fibers using electrophoretic deposition, **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 8, n. 2, p. 1501-1510, 2016.

TRIEIRA, A., REQUENA, G., SAO JAO, S., BORBELY, A., KLOCKER, H. Rupture of intermetallic networks and strain localization in cast AlSi12Ni alloy: 2D and 3D characterization, **Acta Materialia**, v. 112, p. 162-170, 2016.

VITORINO, Luisa Sá. **Modificação da interface de compósitos de polipropileno com fibras de vidro pela técnica Layer-by-Layer**. 2016. 91f. Dissertação (Mestrado) –

Universidade Federal de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Belo Horizonte.

VITORINO, L. S., ORÉFICE, R. L., Layer-by-Layer technique employed to construct multitask interfaces in polymer composites, **Polímeros**, v. 27, n. 4, p. 330-338, 2017.

WANG, C., LIU, Z., XIA, B., DUAN, S., NIE, X., ZHUANG, Z. Development of a new constitutive model considering the shearing effect for anisotropic progressive damage in fiber-reinforced composites. **Composites Part B**, v. 75, n. 15, p. 288-297, 2015.

WU, E. M., Fracture Mechanics of Anisotropic Plates, in: **Composite Materials Workshop**, TSAI, S. W., HALPIN, J. C., PAGANO, N. J., St. Louis, 13-21 Julho, Technomic, Wesport, pp. 20-43, 1968.

YU, B., BLANC, R., SOUTIS, C., WITHERS, P. J., Evolution of damage during the fatigue of 3D woven glass-fibre reinforced composites subjected to tension-tension loading observed by time-lapse X-ray tomography. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 82, p. 279-290, 2016.