



Lorenleyn De La Hoz Alford

Caracterização tridimensional de compósitos de matriz epóxi reforçados por fibras de vidro

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos do Departamento de Engenharia Química e de Materiais do Centro Técnico Científico da PUC-Rio.

Orientador : Prof. Sidnei Paciornik
Coorientador: Prof. Jose Roberto Moraes d'Almeida

Rio de Janeiro
Agosto de 2016



Lorenleyn De La Hoz Alford

Caracterização tridimensional de compósitos de matriz epóxi reforçados por fibras de vidro

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos do Departamento de Engenharia Química e de Materiais do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Sidnei Paciornik

Orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Prof. Jose Roberto Moraes d’Almeida

Coorientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Dr. Marcos Henrique de Pinho Mauricio

Pontificia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio

Prof. Haimon Diniz Lopes Alves

Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ

Prof. Marcio da Silveira Carvalho

Coordenador Setorial de Pós Graduação - CTC – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 26 de Agosto de 2016

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Lorenleyn De La Hoz Alford

Formada em Física pela Universidade del Atlántico (Barranquilla, Colombia) em 2009. As áreas de atuação na graduação foram Instrumentação, Metrologia e Biofísica. Especializando-se atualmente nas áreas de: Ciência dos Materiais, Processamento Químico e Metalúrgico, Microscopia Digital e Processamento e Análise de Imagens.

Ficha Catalográfica

De La Hoz Alford, Lorenleyn

Caracterização tridimensional de compósitos de matriz epóxi reforçados por fibras de vidro / Lorenleyn De La Hoz Alford; orientador: Sidnei Paciornik; co-orientador: Jose Roberto Moraes d'Almeida. – 2016.

v., 102 f: il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Química – Teses. 2. Engenharia de Materiais – Teses. 3. Compósitos reforçados por fibras;. 4. mecanismos de falha;. 5. microtomografia;. 6. visualização 3D.. I. Paciornik, Sidnei. II. Moraes D'Almeida, Jose Roberto . III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Química e de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

Agradecimentos

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer a Deus por me guiar, iluminar e me dar a força para não desistir e seguir em frente com os meus objetivos e não desanimar frente às dificuldades. A Maria mãe do céu, por sua interseção e auxílio em todos os momentos muito especialmente nos de doença.

A meu melhor amigo e esposo, Harold Camargo que é a pessoa que Deus escolheu para ser meu companheiro nas horas boas e ruins. Agradeço sua companhia, estímulo, paciência, ajuda e força em tudo momento.

A meus pais, Fabio R. e Lucinda, que, embora distantes sempre me motivaram e entenderam as minhas faltas e momentos de afastamento. A meu irmão Fabio José, meus sogros Ermides e Francisca, minha cunhada Natalia e as meus amigos de toda uma vida Edinellyz, Margarita (Marye), Pablo, Selfy, Everlys, Natalya, Soraya e José Leonardo, e a meus afilhados, e meus padrinhos que apesar da distância sempre contei com seu apoio e oração.

A meu orientador Prof. Sidnei Paciornik pela amizade, apoio e ensinamento, além de sua dedicação, competência e especial atenção nas revisões e sugestões, fatores muito importantes para a conclusão desta dissertação.

A meu coorientador José Roberto pela paciência, compromisso e ajuda ao destinar parte de seu tempo para participar desta pesquisa.

A Marcos H. pela gentileza em me ajudar, em algumas etapas deste trabalho.

A meu amigo Haimon, pela orientação, companhia, amizade e por me transmitir todo sua sabedoria e experiência durante todo o Mestrado.

Aos amigos que integram o grupo de LPDI pela companhia, em especial a David Pirrot, Karen, Erica e Julio pela sua ajuda. Ao Departamento e professores do mestrado, que contribuíram para minha formação.

Ao CNPq, pelo apoio financeiro, e à PUC-Rio, pela bolsa de isenção de mensalidades do Mestrado.

E por ultimo, a todos meus primos em especial a meu primo Gicles pelo carinho e ajuda e a todos meus familiares e amigos que achei no Brasil e a aqueles que embora não tinha citado, contribuíram de alguma maneira para me manter firme e com forças nesta jornada. A todos: Muito Obrigada.

Resumo

De La Hoz Alford, Lorenleyn; Paciornik, Sidnei; Moraes D'Almeida, Jose Roberto . **Caracterização tridimensional de compósitos de matriz epóxi reforçados por fibras de vidro**. Rio de Janeiro, 2016. 102p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Compósitos são materiais tipicamente não homogêneos e anisotrópicos, tanto do ponto de vista microestrutural quanto de suas propriedades mecânicas. Os mecanismos de falha são afetados pela distribuição espacial e pela qualidade da adesão na interface reforço-matriz. As técnicas tradicionais de caracterização microscópica são bastante limitadas para caracterizar este tipo de material, já que seções ou projeções bidimensionais podem não revelar completamente a microestrutura anisotrópica. Quando se busca entender a origem de mecanismos de falha, estas limitações são ainda mais importantes. Nesta dissertação foi desenvolvida uma metodologia de caracterização tridimensional baseada em microtomografia de raios-x (μ CT). O material avaliado foi um compósito de matriz epóxi reforçado com fibras de vidro alinhadas unidirecionalmente. Corpos de prova (CP) foram tomografados antes e depois de ensaios de flexão em diferentes níveis de tensão. As imagens 3D foram analisadas para visualizar e quantificar vazios e trincas, tanto originados no processo de fabricação como gerados durante o ensaio mecânico. Para visualizar a evolução de defeitos com a tensão/deformação, foi estabelecido um procedimento de registro 3D entre as imagens dos CP's como recebidos, após ensaio no regime elástico e após a falha. Uma avaliação da incerteza do procedimento foi realizada tomografando mais do que uma vez o CP, registrando e comparando as imagens 3D. Os resultados indicaram um crescimento do volume de defeitos após a falha do material. A visualização 3D de regiões específicas das tomografias permitiram identificar a formação e o crescimento de defeitos gerados pelo esforço mecânico.

Palavras-chave

Compósitos reforçados por fibras; mecanismos de falha; microtomografia; visualização 3D.

Abstract

De La Hoz Alford, Lorenleyn; Paciornik, Sidnei (Advisor); Moraes D’Almeida, Jose Roberto (Co-Advisor). **Tridimensional characterization of polymer matrix glass fiber reinforced composites**. Rio de Janeiro, 2016. 102p. MSc. Dissertation – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Composites are typically no homogeneous and anisotropic materials, both from the point of microstructural view as well mechanical properties. The failure mechanisms are affected by the spatial distribution and quality of the adhesion the interface matrix-reinforcement. The traditional techniques of microscopic characterization are enough limited to characterize this type of material since sections or two-dimensional projections may not fully reveal the anisotropic microstructure. When search to understand the origin of failure mechanisms, these limitations are even more important. In the present work, a three-dimensional characterization methodology based on X-ray microtomography (μ CT) was developed. The material evaluated was an epoxy matrix composite reinforced with glass fibers unidirectionally aligned. The samples (CP) were tomographed before and after the bending tests at different loads. The 3D images were analyzed to identify and quantify voids and cracks, both defects were originated in the process of manufacturing as were generated during the mechanical tests. A 3D registration procedure was developed between the sample images obtained before and after the bending tests, in the elastic range and after the failure. An assessment of the uncertainty of the procedure was performed doing more than one tomography of the samples as received, registering and comparing the resulting 3D images. The results showed a clear increase in the volume of the defects after material failure. The 3D visualization of specific regions of the tomographies allowed the identification of the formation and the growth of these defects generated by the mechanical stress.

Keywords

Fiber-reinforced composites; failure mechanisms; microtomography; 3D visualization.

Sumário

1	Introdução	16
2	Revisão bibliográfica	18
2.1	Materiais compósitos	18
2.1.1	Classificação dos materiais compósitos	19
2.1.1.1	Classificação quanto ao tipo de matriz	20
2.1.1.2	Classificação quanto à forma da fase dispersa	20
2.1.2	Matriz: resina	21
2.1.2.1	Seleção de matriz: termofixos vs. termoplásticos	23
2.1.2.2	Matriz polimérica	24
2.1.2.3	Resina epoxi	25
2.1.3	Reforço: fibras	26
2.1.3.1	Fibras naturais	27
2.1.3.2	Fibras poliméricas	27
2.1.3.3	Fibras metálicas	28
2.1.3.4	Fibras minerais	28
2.1.4	Mecanismos de falha	29
2.1.5	Processamento de compósitos reforçados com fibras	32
2.1.5.1	Pultrusão	32
2.1.5.2	Processos de produção de prepreg	32
2.1.5.3	Enrolamento filamentar	33
2.2	Microtomografia computadorizada de Raios X	34
2.2.1	Princípio básico: produção e fonte de Raios X	35
2.2.2	Aquisição das imagens pela técnica	36
2.2.3	Reconstrução e formação da imagem em 3D	37
2.2.4	Magnificação e resolução	38
2.3	Processamento e análise digital de imagens (PADI)	39
2.3.1	Aquisição da imagem	40
2.3.2	PDI	40
2.3.3	ADI	41
2.4	Aplicação da técnica de microtomografia nos materiais compósitos	41
3	Materiais e métodos	46
3.1	Corpos de prova de material compósito	46
3.2	Ensaio de flexão de três pontos	48
3.3	Sistema de microtomografia de Raios X	49
3.3.1	Captura da imagem com o microtomógrafo	50
3.3.2	Condições de aquisição e análise das imagens	51
3.3.3	Reconstrução das imagens	52
3.4	PADI	54
3.4.1	Avaliação do método de análise	55
3.4.2	Etapas de processamento	55
3.4.3	Alinhamento das imagens	57
3.4.4	Extração de características	60

4	Resultados e discussão	61
4.1	Resultados e análise do ensaio de flexão	61
4.2	Processamento e análise das imagens	63
4.2.1	Corpo de prova 1	64
4.2.2	Corpo de prova 2	70
4.3	Quantificação de defeitos	76
4.3.1	Para o CP2	76
4.3.2	Para o CP1	76
4.3.3	Resultados para CP1 e CP2 após o alinhamento	78
4.4	Observação de defeitos e trincas	79
5	Conclusões	85
5.1	Trabalhos futuros	86
6	Anexos	87
6.1	Resultados das imagens após ao alinhamento	87
6.1.1	CP1	87
6.1.2	CP2	93
	Referências bibliográficas	99

Lista de figuras

2.1	Classificação dos materiais compósitos.	20
2.2	Geometria da fase dispersa (7).	21
2.3	Esquema representativo de (a) um polímero termoplástico e (b) um polímero termofixo (6).	24
2.4	Grupo epoxídico (7).	25
2.5	Estrutura química do diglicidil éter do bisfeno-A (DGEBA) (4).	25
2.6	Perfis tensão x posição quando ao comportamento da fibra é (a) menor que o crítico; (b) igual ao crítico e (c) quando é maior que o crítico (7).	26
2.7	Mecanismos de falha à compressão: (a) microflambagem, (b) cisalhamento e (c) falha da fibra por microflambagem (16).	30
2.8	Falha na matriz: (a) intralaminar e (b) translaminar (16).	30
2.9	Delaminações causadas com tensões interlaminares e normais (16).	31
2.10	Mecanismos de danificação em compósitos poliméricos reforçados (16).	31
2.11	Diagrama esquemático que mostra o processo de pultrusão (17).	32
2.12	Diagrama esquemático ilustrando a produção de fita prepreg (17).	33
2.13	Diagrama esquemático ilustrando o enrolamento filamentar (17).	34
2.14	Esquema simplificado de um microtomógrafo (2).	34
2.15	Ilustração esquemática do processo de Microtomografia Computadorizada (19).	37
2.16	(a) Ilustração do modelo de absorção de raios-X usado para a reconstrução tomográfica e (b) o corresponde ao sinograma (conjunto das projeções) (19).	38
2.17	Esquema da geometria interna básica de um microtomografo (19).	39
2.18	Esquema da sequência padrão de PADI (19).	40
2.19	Imagem 3D do material compósito analisado (24).	42
2.20	Mapas de delaminação em 3D dos compósitos impactados (25).	43
3.1	Representação esquemática do processo de fabricação de pré-impregnados. a) Impregnação e enrolamento, b) Corte e c) Lâmina de pré-impregnado(29).	47
3.2	Dimensões do material compósito (a) CP1 e (b) CP2.	47
3.3	Descrição gráfica do ensaio de flexão de três pontos (35).	48
3.4	Máquina Universal de Ensaio implementada (36).	49
3.5	Microtomógrafo Zeis Xradia 510 Versa (31).	50
3.6	Componentes internos do equipamento (31).	50
3.7	Faixa de “ <i>Center Shift</i> ” na determinação do melhor valor.	52
3.8	Faixa de “ <i>Beam Hardening</i> ” na determinação do melhor valor.	53
3.9	Faixa de “ <i>Beam Hardening</i> ” na determinação do melhor valor.	53
3.10	Faixa de “ <i>Byte Scaling</i> ” na determinação do melhor valor.	54
3.11	Dimensões do Cropping (Máximo e Mínimo) para: (a) CP1 e (b) CP2.	56
3.12	Dimensões do ROI (Máximo e Mínimo) para: (a) CP1 e (b) CP2.	57
3.13	Opções para o registro 3D.	58

3.14	Visualizações ortogonais para o registro 3D.	59
3.15	Visualização das imagens I1 e E2 antes do Pseudo registro 3D.	59
3.16	Resultado do registro das imagens I1 e E2 com a opção Pseudo-3D.	60
4.1	Corpos de Prova para o ensaio de flexão, (a) CP1 (b) CP2.	61
4.2	Gráfico tensão vs deformação para cada corpo de prova: Ensaio1 (a) CP1 e (b) CP2 e Ensaio2 (c) CP1 e (d) CP2.	62
4.3	Comparação das curvas de tensão-deformação resultado do ensaio de flexão para CP1 e CP2.	62
4.4	Visualização tridimensional no software ORS do CP1 (a) Imagem 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	63
4.5	Visualização tridimensional no software ORS do CP2 (a) Imagem 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	63
4.6	Visualização da matriz da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	64
4.7	Resultado 3D da matriz da I1 do CP1.	64
4.8	Visualização do preenchimento da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	65
4.9	Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP1.	65
4.10	Visualização dos defeito da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	66
4.11	Imagem 3D dos defeitos da I1.	66
4.12	Visualização da matriz da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	67
4.13	Imagem 3D da matriz da E2.	67
4.14	Visualização do preenchimento da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	68
4.15	Imagem 3D do preenchimento da E2.	68
4.16	Visualização dos defeito da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	69
4.17	Imagem 3D dos defeitos da E2.	69
4.18	Visualização da matriz da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	70
4.19	Resultado 3D da matriz da I1.	70
4.20	Visualização do preenchimento da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	71
4.21	Imagem 3D do preenchimento da I1.	71
4.22	Visualização dos defeito da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	72
4.23	Imagem 3D dos defeitos da I1.	72
4.24	Visualização da matriz da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	73
4.25	Imagem 3D da matriz da E2.	73
4.26	Visualização do preenchimento da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	74
4.27	Imagem 3D do preenchimento da E2.	74
4.28	Visualização dos defeito da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.	75
4.29	Imagem 3D dos defeitos da E2.	75

4.30	Imagem 3D dos defeitos e trincas na: (a) I1 e (b) E2 do CP1. O círculo vermelho indica a aparição dos defeitos mais representativos.	77
4.31	Diagrama de barras dos volumes para os corpos de prova CP1 e CP2.	77
4.32	Visualização da modificação da look up table das imagens (a) sem registrar e (b) após o registro.	79
4.33	Imagem 3D dos defeitos e trincas da I1 identificados com círculo rosa. .	80
4.34	Imagem 3D dos defeitos e trincas da E2.	80
4.35	Imagens I1 (cor azul) e E2 (cor verde) sobrepostas para o CP1.	80
4.36	Comparação 2D dos defeitos e trincas marcadas no quadrado rosa das imagens: (a) I1 e (b) E2 para o CP1.	81
4.37	Observação das trincas na E2 para o CP1 marcadas no quadrado vermelho.	81
4.38	Comparação 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP2.	82
4.39	Visualização 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP1.	82
4.40	Visualização 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP1. O quadrado rosa representa a trinca existente no material e a vermelha as resultantes após ao ensaio	83
6.1	Visualização da matriz da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	87
6.2	Resultado 3D da matriz da I1 do CP1 após ao alinhamento.	87
6.3	Visualização do preenchimento da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	88
6.4	Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP1 após ao alinhamento.	88
6.5	Visualização dos defeito da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	89
6.6	Imagem 3D dos defeitos da I1 do CP1 após ao alinhamento.	89
6.7	Visualização da matriz da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	90
6.8	Imagem 3D da matriz da E2 do CP1 após ao alinhamento.	90
6.9	Visualização do preenchimento da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	91
6.10	Imagem 3D do preenchimento da E2 do CP1 após ao alinhamento.	91
6.11	Visualização dos defeito da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	92
6.12	Imagem 3D dos defeitos da E2 do CP1 após ao alinhamento.	92
6.13	Visualização da matriz da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	93
6.14	Resultado 3D da matriz da I1 do CP2 após ao alinhamento.	93
6.15	Visualização do preenchimento da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	94
6.16	Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP2 após ao alinhamento.	94
6.17	Visualização dos defeito da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	95
6.18	Imagem 3D dos defeitos da I1 do CP2 após ao alinhamento.	95
6.19	Visualização da matriz da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	96
6.20	Imagem 3D da matriz da E2 do CP2 após ao alinhamento.	96

6.21	Visualização do preenchimento da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	97
6.22	Imagem 3D do preenchimento da E2 do CP2 após ao alinhamento.	97
6.23	Visualização dos defeito da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.	98
6.24	Imagem 3D dos defeitos da E2 do CP2 após ao alinhamento.	98

Lista de tabelas

2.1	Materiais usados comercialmente (8)	22
2.2	Composição química de alguns tipos de fibra de vidro (14)	29
2.3	Limite de resistência e módulo de Young das principais fibras usadas como reforço em compósitos de matriz polimérica (4)	29
3.1	A captura da imagem no microtomógrafo	51
3.2	Condições de aquisição	51
3.3	Condições de reconstrução	52
3.4	Avaliação do método: etapas de captura das imagens sob as condições de aquisição (tabela 3.3)	55
4.1	Resultados para o CP2	76
4.2	Resultados para o CP1	76
4.3	Resultados para o CP1 das imagens alinhadas	78
4.4	Resultados para o CP2 das imagens alinhadas	78
4.5	Resultados para o CP2 das imagens alinhadas	84

Lista de Abreviaturas

- μ CT – Microtomografia computarizada
- ESRF – *European Synchrotron Radiation Facility*
- NDT – Ensaios não destrutivos
- LCM – *Liquid Composite Moulding*
- PADI – Processamento e Análise Digital de Imagens
- DGEBA – Diglicidil éter do bisfeno-A
- CTBN – Poliacrilonitrila butadieno carboxilado
- PUC – Pontifícia Universidade Católica
- PDI – Processamento Digital de Imagens
- ADI – Análise Digital de Imagens
- CP – Corpo de Prova
- CP1 – Corpos de Prova 1
- CP2 – Corpos de Prova 2
- ORS – Object Research Systems Visual SI
- I1 – Inicial1
- I2 – Inicial2
- Ret – Retirada
- E1 – Ensaaiada1
- E2 – Ensaaiada2

1

Introdução

Os materiais tradicionais como cerâmicos, metálicos e poliméricos não tem atendido todas as necessidades que demanda a crescente evolução tecnológica, nesse aspecto cresce a implementação de materiais novos. Desta forma, que os materiais compósitos aparecem como solução para suprir esta deficiência. Estes materiais são definidos como a combinação de dois ou mais materiais e em geral estão formados por uma fase continua chamada matriz e uma descontínua denominada reforço. Apresentam grandes vantagens tais como melhora nas propriedades mecânicas (elevada rigidez, boa resistência à fadiga e impacto, entre outras). Além disso, eles podem ser projetados de acordo com a aplicação do produto final.

No século XX, estes materiais foram fortemente implementados na indústria aeroespacial pelo desenvolvimento e implementação de fibras de origem mineral e polimérico, que se converteram em uma boa oportunidade para a criação de estruturas de alto desempenho, muito mais leves e resistentes, capazes de atender às necessidades para o voo das aeronaves (1).

Atualmente estes materiais compósitos tem ganhado muito destaque em alguns setores da indústria, principalmente nas áreas de mísseis, foguetes e aeronaves de estruturas muito complexas, automotiva, médica, aeroespacial, esportiva, militar, de construção civil, entre outras, com um crescimento de uso de 5% por ano. A fabricação de compósitos estruturais pelo processo de pré-impregnados esta distribuída a nível industrial da seguinte maneira: aeronáutico comercial (60%), defesa e espaço (20%), recreativo (10%) e indústrias em geral (10%). Este método de fabricação genericamente, é um produto pronto para moldagem, e é definido como uma mistura de fibras de reforço com um determinado polímero, termorrígido ou termoplástico, em uma particular fração em peso, que permite a impermeabilização das superfícies das aeronaves (1).

A caracterização destes materiais, tradicionalmente, era realizada por técnicas de microscopia, gerando informação bidimensional da estrutura do material. No entanto, esta estrutura e os defeitos presentes nestes materiais são fundamentalmente tridimensionais. Assim, é importante dispor de técnicas que permitam este tipo de análise. A microtomografia de raios X (μ CT) cumpre

este propósito. Esta é uma técnica de baixa resolução comparada com as técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) por exemplo, mas que tem um grande potencial para o estudo, visualização e caracterização da morfologia interna de materiais, criando representações tridimensionais. A μ CT é uma prática que não requer uma etapa prévia de preparação para as amostras, ou seja, não precisa impregnação ou polimento das amostras compara com as técnicas de microscopia que precisam de uma etapa de preparação e corte das amostras (2).

O corpo que vai ser analisado é exposto aos raios x e das imagens obtidas é extraída a informação quantitativa através de softwares de processamento e análise digital de imagens (2). Existem alguns resultados preliminares em análise de materiais compósitos, que demonstram a viabilidade da microtomografia na avaliação da geometria interna dos materiais, o estudo de defeitos, incluindo delaminação e microfissuras. Isto se deve à maior disponibilidade destes sistemas no mercado, sendo agora um procedimento mais acessível para a realização de experimentos em laboratórios, convertendo assim a μ CT em uma ferramenta importante para a caracterização de danos nestes tipos de materiais (2, 3, 4).

Sabendo-se que os compósitos avançados são obtidos pela combinação de materiais com diferentes características físico-químicas e mecânicas e pela utilização de diferentes processos de manufatura, necessitando esses desempenhar funções estruturais cada vez mais exigentes, os trabalhos de pesquisa e desenvolvimento nesta área são cada vez mais importantes. Assim, esta pesquisa aproveita as vantagens da microtomografia de ter dados em 2D, que podem ser transformados ou renderizados em 3D, para a análise de materiais compósitos, e obter informação de sua estrutura interna antes e após a aplicação de ensaio mecânico.

Assim, esta dissertação está organizada em 6 capítulos. O capítulo 1 faz referência a esta introdução. No capítulo 2, são apresentados, de forma detalhada, conceitos básicos relacionados aos temas de interesse como: em que consistem os materiais compósitos, uma breve descrição da técnica de microtomografia para a aquisição das imagens e de forma sucinta será explicado, também, em que consiste o Processamento e Análise Digital de Imagens (PADI). No capítulo 3, o enfoque principal é o material de estudo, as técnicas experimentais de μ CT e ensaios mecânicos, bem como as rotinas de PADI implementadas neste trabalho. O capítulo 4 mostra-se a análise dos resultados encontrados. E, por último, o capítulo 5 apresenta as conclusões e propostas para trabalhos futuros.

2

Revisão bibliográfica

Neste tópico, são abordados de forma sucinta conceitos teóricos importantes, desde o estudo dos materiais compósitos, até os parâmetros essenciais para a obtenção de uma imagem tomográfica por μ CT e sua respectiva análise através do Processamento e Análise Digital de imagens (PADI). Apresenta-se também uma pesquisa bibliográfica na qual descreve-se de forma resumida e atualizada os principais aspectos, preocupações e conclusões desenvolvidas em vários trabalhos com respeito ao desenvolvimento da técnica de μ CT em materiais compósitos na identificação de danos e defeitos em sua estrutura.

2.1

Materiais compósitos

Os materiais compósitos ou compostos são definidos como a combinação de dois ou mais materiais distintos. Geralmente são constituídos por uma fase contínua chamada matriz e uma fase dispersa denominada reforço, exibindo uma clara adesão entre esses componentes (interface) que caracteriza-se, quase sempre, por uma descontinuidade abrupta de propriedades (3). Normalmente a matriz tem como função proteger o reforço do ambiente externo, mantê-lo em seu lugar e transferir a tensão para ele. Nos compósitos mais tradicionais a matriz tem propriedades mecânicas inferiores às do reforço. O reforço, entre tanto pode ser formado por fibras contínuas, fibras curtas ou partículas. Quando são usadas partículas, algumas vezes, essa fase descontínua é chamada de carga. Neste caso ela não desempenha nenhuma função mecânica e é adicionada à matriz para preencher o volume e reduzir o custo do produto final (4). Estas fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e devem estar separadas por uma interface distinta (5). Quando as fibras estão imersas na matriz em uma única camada, forma-se uma lâmina. Caso multicamadas sejam utilizadas, opta-se por dispor várias lâminas empilhadas e colocadas, com as fibras em diferentes orientações, constituindo-se assim um material compósito laminado (6). Um exemplo clássico desde tipos de materiais compósitos é a prancha de surf, que tem como objetivo fundamental do projeto que ela deve flutuar. Normalmente elas são revestidas por uma camada de polímero, que impede a entrada de água e também apresenta baixa densidade fazendo

com que o conjunto espuma + polímero flutue. Porém essa estrutura teria uma resistência mecânica muito baixa. Então, empregam-se as fibras de vidro como reforço, e este conjunto composto compõe uma estrutura de engenharia otimizada, que usa as melhores características de cada constituinte para a aplicação desejada (7).

Entretanto, a ideia fundamento do conceito de estes materiais é unir materiais com propriedades distintas para obtenção de um material de engenharia mais otimizado. Embora, este sistema de combinação não é novo e, na verdade, é extraído e copiada da própria natureza, como no caso do osso e a madeira compósitos naturais e nas civilizações antigas utilizavam estes materiais na produção de tijolos misturando palha+barro (7).

A aplicação destes materiais vai então, desde artigos usados no dia a dia até aplicações tecnológicas. No século XX, estes materiais foram fortemente implementados na indústria aeroespacial pelo desenvolvimento e implementação de fibras de origem mineral e polimérico, que se converteram em uma boa oportunidade para a criação de estruturas de alto desempenho, muito mais leves e resistentes, capazes de atender às necessidades para o voo das aeronaves (7).

2.1.1

Classificação dos materiais compósitos

A maioria dos compósitos foi criada para melhorar combinações de características mecânicas, tais como rigidez, tenacidade e resistência nas condições ambientais e a altas temperaturas. Isto quer dizer, que as propriedades dos compósitos são funções das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas e da geometria da fase dispersa (7). Essas variáveis (reforço e matriz) devem ser cuidadosamente controladas para produzir um material estruturalmente otimizado nas circunstâncias de uso. A interface matriz-reforço é responsável pela transferência ao reforço das solicitações a que a matriz é submetida. Caso a adesão entre esses elementos seja ineficaz, a resistência do compósito é prejudicada, pois o reforço atuará como um concentrador de tensões (5).

Os compósitos podem ser classificados em relação ao tipo de matriz e quanto à forma da fase dispersa. A figura 2.1 mostra uma classificação quanto aos tipos e formas de materiais que podem constituir um compósito.

Os materiais empregados nesta dissertação foram sintetizados com matriz polimérica, reforçados com fibra de vidro longas.

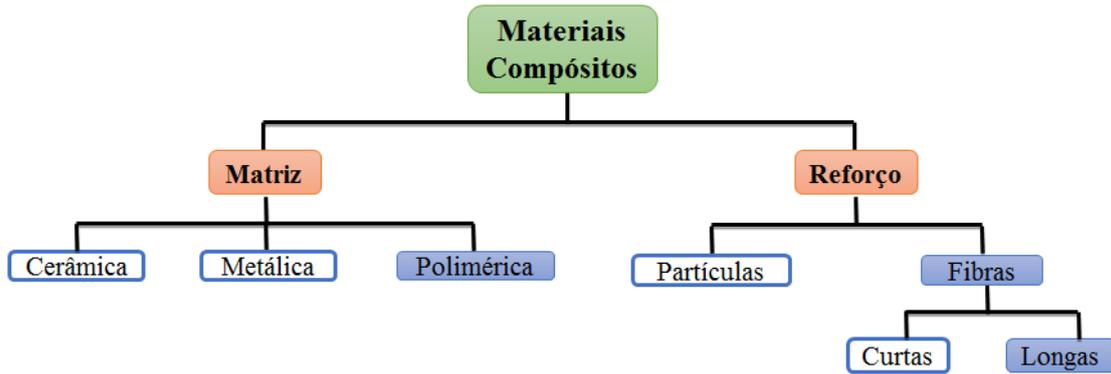


Figura 2.1: Classificação dos materiais compósitos.

2.1.1.1

Classificação quanto ao tipo de matriz

Os materiais compósitos podem ser classificados em relação ao tipo de matriz em:

- I **Compósitos de matriz polimérica:** Devido à facilidade de processamento e à baixa densidade, os polímeros são os mais empregados. Estas duas características permitem a fabricação de compósitos com formas bastante complexas e a fabricação de peças com propriedades específicas elevadas. Exemplos de compósitos de matriz polimérica são: poliéster / fibra de vidro; epoxi / fibra de carbono; polipropileno / fibra de vidro, entre outros (7).
- II **Compósitos de matriz metálica:** são muito empregados nas indústrias aeronáutica e automobilística, mas seu emprego é limitado. Apresentam como vantagem em relação aos compósitos de matriz polimérica permitirem uma maior temperatura de trabalho. Como exemplos destes compósitos temos: alumínio / boro; cobalto / carbetto de tungstênio (4).
- III **Compósitos de matriz cerâmica:** são os menos empregados, pois são frágeis e de fabricação cara, embora permitem aplicações em temperaturas elevadas. Exemplos destes compósitos são: alumina / fibras de alumina (7).

2.1.1.2

Classificação quanto à forma da fase dispersa

O parâmetro mais importante observado nesta classificação é a razão de aspecto da fase dispersa. Ou seja, a razão entre o comprimento (L) e o diâmetro

da fase dispersa (d), conforme mostrado na figura 2.2. Quanto a esta forma, os compósitos são classificados em: compósitos particulados quando $L/d \sim 1$; compósitos com fibras curtas quando $L/d > 1$ e compósitos com fibras longas, ou contínuas, se $L/d \gg 1$ (7).

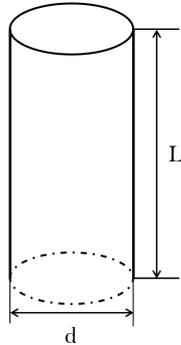


Figura 2.2: Geometria da fase dispersa (7).

Esta classificação é muito importante, pois indica o tipo de comportamento mecânico que se deve esperar para o compósito. Desta forma os compósitos reforçados por partículas, que estão normalmente uniformemente distribuídas pela matriz, mostram um comportamento isotrópico (7). Estes compósitos podem ser caracterizados por apenas um valor de módulo de elasticidade e as relações constitutivas entre tensão e deformação mostram que não existe acoplamento entre os modos de tensão normal e deformação cisalhante, ou vice-versa (6).

Os compósitos reforçados por fibras curtas apresentam, normalmente um comportamento de isotropia planar, já que as fibras se dispõem preferencialmente em camadas no plano x-y, pois algumas vezes a espessura do material é menor do que o comprimento das fibras. Os compósitos reforçados por fibras longas, descrevem um comportamento ortotrópico ou seja, suas propriedades variam em função da direção da aplicação do esforço mecânico-as propriedades são máximas na direção das fibras e mínimas na direção perpendicular às fibras. O comportamento não isotrópico tem como vantagem a possibilidade de melhorar as propriedades do material compósito em função da direção preferencial do esforço ao qual ele está sendo submetido (7).

2.1.2

Matriz: resina

A matriz cumpre os seguintes propósitos em um compósito reforçado com fibras: Mantém as fibras no lugar, transfere tensões entre as fibras, proporciona uma barreira contra um ambiente adverso (tais como produtos

químicos e umidade) e protege a superfície das fibras da degradação mecânica (por exemplo, por abrasão) (8).

A matriz fornece suporte lateral contra a possibilidade de flambagem das fibras sob carga de compressão, influenciando assim, em grande medida, a resistência à compressão do material compósito (8). A interação entre fibras e matriz também é importante na concepção de estruturas tolerantes ao dano. A geração de defeitos em um material compósito depende fortemente do tratamento e das características da matriz (8). Por exemplo, para os polímeros de matriz epoxi utilizados em compósitos aeroespaciais, os parâmetros de fabricação incluem a viscosidade do líquido, a temperatura e o tempo de cura (8). Os polímeros termofixos, tais como epóxis, poliésteres e éster vinílicas, são utilizados normalmente em material compósitos reforçados por fibras longas ou contínuas, principalmente por causa da facilidade de processamento devido à sua baixa viscosidade. Os polímeros termoplásticos são comumente usados em compósitos reforçados por fibras curtas que são moldados por injeção. Matrizes metálicas e cerâmicas são consideradas principalmente para aplicações a alta temperatura (8). Na tabela 2.1 listam-se vários materiais utilizados comercialmente.

Tabela 2.1: Materiais usados comercialmente (8)

Material	Característica
Polimérico	Polímeros Termofixos ✓ Epoxis: principalmente utilizadas em aplicações aeroespaciais e de aeronaves. ✓ Fenólicos: usado em compostos de moldagem em massa. ✓ Polímidas, polibenzimidazoles (PBI), polifenil (PPQ): para aplicações aeroespaciais de alta temperatura.
	Polímeros Termoplásticos ✓ Nylons (tais como nylon 6, nylon 6,6), poliésteres termoplásticos, tais como PET, policarbonato (PC), poliacetais; usados com fibras descontínuas em artigos moldados por injeção. ✓ Poliamida-imida (PAI), poliéter éter-cetona (PEEK), polisulfona (PSUL), sulfeto de polifenileno (PPS), polieterimida (PEI): adequado para aplicações de alta temperatura com fibras contínuas.
Metálico	Ferro, cobre, Alumínio e suas ligas: adequado para aplicações de alta temperatura.
Cerâmico	Óxido de alumínio (Al_2O_3), carbono, carboneto de silício (SiC), nitreto de silício (Si_3N_4): adequado para aplicações de alta temperatura.

2.1.2.1

Seleção de matriz: termofixos vs. termoplásticos

As considerações principais na seleção da matriz são suas propriedades mecânicas básicas. Para os compósitos de alto desempenho, as propriedades mecânicas mais desejáveis na matriz são (8):

- ▷ Alta resistência à tração;
- ▷ Alto módulo de elasticidade, o que influencia a resistência à compressão do produto compósito.
- ▷ Alta tenacidade à fratura.

Para um material compósito de matriz polimérica podem existir outras considerações, como a boa estabilidade dimensional a temperaturas elevadas e a resistência à umidade ou solventes. A primeira normalmente significa que o polímero tem uma elevada temperatura de transição vítrea (T_g). Na prática, esta temperatura deve ser superior à temperatura máxima de uso. A resistência à umidade significa que o polímero não deve dissolver, inchar ou degradar em ambientes quentes ou úmidos ou quando estejam expostos a solventes (8).

Tradicionalmente, os polímeros termofixos (também chamados resinas) têm sido utilizados como um material de matriz para os compósitos reforçados com fibras. Os materiais utilizados na polimerização de um termofixo são geralmente de baixo peso molecular, líquidos com viscosidades muito baixas. As fibras são puxadas ou imersas nestes produtos químicos antes do início da reação de polimerização. Uma vez que a viscosidade do polímero no momento da incorporação de fibra é muito baixa, é possível conseguir uma molhabilidade uniforme entre as fibras e a matriz. O molhamento das fibras é extremamente importante para alcançar interação fibra-matriz no compósito e é um requisito essencial para o bom desempenho mecânico do material final (9). Entre outras vantagens da utilização de polímeros termofixos destaca-se sua estabilidade térmica e resistência química (7). Eles também apresentam menos fluência e relaxação de tensão do que os polímeros termoplásticos. As desvantagens são: a vida de armazenamento limitada (antes da forma final ser moldada) a temperatura ambiente e possui um longo tempo de fabricação no molde (8).

A vantagem mais importante de polímeros termoplásticos sobre os termofixos é a sua alta resistência ao impacto e resistência à fratura, que conferem uma excelente tolerância aos danos para o material compósito (8). Em geral, os termofixos apresentam maior resistência do que os termoplásticos. (7, 8). Apesar de tais vantagens, o desenvolvimento de compósitos de fibra contínua de matriz termoplástica foi muito mais lento do que a de materiais compósitos de

matriz termofixa reforçada com fibras contínuas. Polímeros termoplásticos de engenharia comerciais, tais como nylons e policarbonato, são de interesse muito limitado em aplicações estruturais porque eles apresentam menor resistência à fluência e estabilidade térmica mais baixa do que os polímeros termofixos (7, 8).

2.1.2.2

Matriz polimérica

Um polímero pode ser definido como uma macromolécula composta por dezenas de milhares unidades de repetição denominadas meros, unidas por ligações covalentes. A matéria prima para a produção de um polímero é o monômero (4).

Os polímeros são divididos em duas categorias: Termoplásticos e Termofixos (ou Termorrígidos). Nos termoplásticos, moléculas individuais são unidas por ligações secundárias ou forças intermoleculares como as de van der Waals ou por ligações de hidrogênio (Figura 2.3(a)) (4).



Figura 2.3: Esquema representativo de (a) um polímero termoplástico e (b) um polímero termofixo (6).

Com a aplicação de calor, podem ser temporariamente interrompidas estas ligações secundárias e as moléculas podem-se movimentar umas em relação às outras na direção do fluxo, para adquirir uma nova configuração. No resfriamento, estas moléculas podem ser orientadas em sua nova configuração e as ligações secundárias são restauradas, resultando uma nova forma sólida do polímero. Assim, um polímero termoplástico pode ser fundido pelo calor e reformulado muitas vezes, conforme o desejado (5).

Em um polímero termofixo, por outro lado, as moléculas são quimicamente unidas entre si por ligações cruzadas (cross-links), formando uma estrutura rígida e tridimensional (Figura 2.3 (b)). Uma vez que estas ligações cruzadas são formadas durante a reação de polimerização (também chamada de reação de cura), o polímero termofixo não pode ser derretido pela aplicação de calor e pressão (7, 10)

2.1.2.3

Resina epoxi

As resinas epoxídicas são termofixas ou termorrígidas de alto desempenho que contém pelo menos dois grupos epóxis terminais (figura 2.4), compostos por um átomo de oxigênio ligado a dois de carbono. Em seu estado inicial, apresenta-se como um líquido orgânico de baixo peso molecular (8).

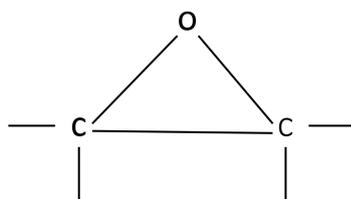


Figura 2.4: Grupo epoxídico (7).

As resinas epóxi mais utilizadas têm como precursor o diglicidil éter de Bisfenol A (DGEBA), cuja estrutura básica é mostrada na figura 2.5. Esse tipo de resina é formada a partir da reação entre a epiclorigrina e o Bisfenol-A (11).

A transformação dessas resinas em sólidos transparentes ocorre a partir da reação de cura, na qual ocorre a formação de uma rede altamente reticulada no material pela formação das ligações cruzadas. Essa reação ocorre com a adição de agentes de cura (também conhecidos como endurecedor), que são usados em quantidades estequiométricas com a resina epóxi (8).

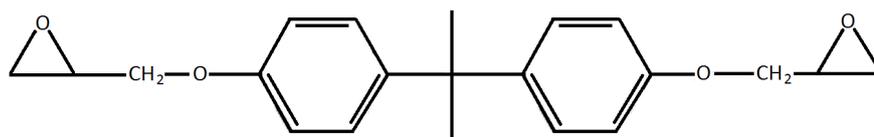


Figura 2.5: Estrutura química do diglicidil éter do bisfeno-A (DGEBA) (4).

Esses agentes podem ser alcalinos, como amidas e bases de Lewis ou ácidos, como fenóis e ácidos orgânicos. Além disso, pode-se adicionar facultativamente um agente acelerador, que aumenta a velocidade da reação. O aumento da temperatura também favorece a velocidade das reações. A proporção entre resina e agente de cura influencia o comportamento mecânico das resinas epóxi. Diferentes agentes de cura e condições de cura variam a densidade de ligações cruzadas, impactando sobre a deformação do material (8).

2.1.3
Reforço: fibras

Como se tinha mencionado anteriormente, os materiais compósitos podem ser reforçados por fibras ou partículas. No entanto, os reforçados por fibras são responsáveis pela maioria das aplicações tecnológicas .

Um comprimento crítico de fibra é necessário para que o aumento na resistência do compósito seja efetivo. Tal comprimento crítico (l_c) varia em função do diâmetro da fibra (d), de sua tensão máxima de resistência (σ_R) e da tensão de cisalhamento entre fibra e matriz (τ_c) conforme o descreve a equação (2-1) (7, 14):

$$l_c = \frac{\sigma_R}{\tau_c} * \frac{d}{2} \tag{2-1}$$

Quando o comprimento da fibra (l) é menor que (l_c), não será alcançada a máxima tensão suportada pela fibra (σ_R) e, portanto, o reforço será pouco eficaz (figura 2.6(a)). Mas se $l = l_c$, a tensão suportada pela fibra será igual a σ_R (figura 2.6(b)). Já para $l > l_c$, σ_R é atingida em grande parte do comprimento da fibra, exceto para uma distância $l_c/2$ a partir das extremidades (figura 2.6(c)). Por conseguinte, o reforço será mais efetivo se l for muito maior que l_c , ou seja, empregando fibras contínuas. Por outro lado, em relação à quantidade de fibras no compósito, quanto maior a fração volumétrica de fibras V_f , mais resistente será o compósito. No entanto, esta fração de fibra, deve obedecer um valor máximo para que continue havendo interação fibra-matriz. No caso que o compósito seja composto por mais de um tipo de fibra, é denominado de híbrido (7).

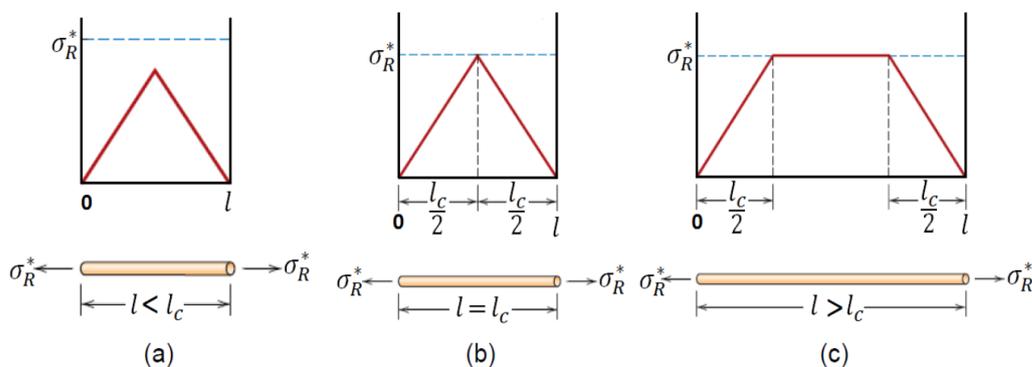


Figura 2.6: Perfis tensão x posição quando ao comportamento da fibra é (a) menor que o crítico; (b) igual ao crítico e (c) quando é maior que o crítico (7).

Existe uma ampla variedade de fibras utilizadas em compósitos. As

características de comportamento de cada uma delas, as propriedades físicas, químicas e mecânicas, que por sua vez irão afetar o comportamento do material compósito, estão intimamente relacionadas ao material do qual são compostas e ao seu processo de fabricação. Portanto, a compreensão do mecanismo de interação matriz-reforço e da parcela de contribuição de cada uma das fases no comportamento do material compósito como um todo é fundamental para a definição do tipo de fibra a ser empregado e dependerá das características da matriz a ser reforçada e das características do projeto final (14).

As fibras usadas como reforço podem ser classificadas em quatro grandes grupos: naturais, poliméricas, metálicas e minerais. Serão abordadas de forma sucinta algumas delas (14).

2.1.3.1

Fibras naturais

Os primeiros tipos de fibras empregados na história da humanidade foram as naturais do tipo vegetal, tais como bambu, juta, capim elefante, coco, piaçava, sisal, linho e cana de açúcar. Algumas dessas fibras podem atingir grandes resistências, por exemplo a de bambu, que atinge resistências acima de 100 MPa, com módulo de elasticidade entre 10 e 25 GPa (14).

2.1.3.2

Fibras poliméricas

Os polímeros, de acordo com sua estrutura química, apresentam diferentes denominações e comportamentos, dando origem a diferentes tipos de fibras (14). A seguir detalha-se de forma sucinta a mais utilizada.

- ▷ **Fibra de Poliamida (Kevlar):** É uma fibra sintética de aramida, que possui grande resistência e é muito leve. Consiste em um polímero resistente ao calor e cinco vezes mais resistente que o aço por unidade de peso. Esta fibra é bem utilizada na fabricação de: cintos de segurança, cordas, construções aeronáuticas, velas, coletes à prova de bala, linhas de pesca, de alguns modelos de raquetes de tênis, na composição de alguns pneus, entre outras. Tem ganhando destaque nos carros de Fórmula 1, já que é usada nos tanques de combustível, para evitar que objetos pontiagudos perfurem os tanques no momento de uma possível colisão (12).

2.1.3.3

Fibras metálicas

Estas fibras são tradicionalmente empregadas na indústria civil, e são adicionadas geralmente no concreto refratário para revestimento de fornos, estufas, conversores, coqueiras, caldeiras. Elas vem diversos tamanhos e geometrias, para reforço à temperatura ambiente e em altas temperaturas (12).

2.1.3.4

Fibras minerais

- ▷ **Fibra de Vidro:** as fibras de vidro são as mais comuns de todas as fibras de reforço para materiais compósitos. As principais vantagens das fibras de vidro são: o baixo custo, alta resistência à tração, alta resistência química e boas propriedades isolantes. As desvantagens são: baixo módulo de tração e de alta densidade, em relação as fibras de vidro. Apresentam também baixa resistência à fadiga e dureza elevada (causando desgaste excessivo na moldagem de moldes e ferramentas de corte) (12).

Tais fibras apresentam uma grande variedade de óxidos em sua composição química, sendo a sílica (SiO_2) o óxido que ocupa maior teor em sua composição. Existem três principais tipos de fibra de vidro, que recebem a nomenclatura de E, C e S. A letra E (elétrica) tem esta denominação, por ser um bom isolante elétrico e tem o menor custo de todas as fibras de reforço disponíveis no mercado; razão principal para que ela tenha grande penetração na indústria. As fibras tipo C (de corrosão) são utilizadas em aplicações químicas que necessitam de uma maior resistência à corrosão. As fibras tipo S foram originalmente desenvolvidas para componentes de aeronaves e de mísseis. Tem a maior resistência à tração entre todas as fibras em uso, no entanto, seu elevado custo de fabricação, faz com que essa fibra seja pouco empregada (8, 12). Na seguinte tabela apresenta-se a composição química desses diferentes tipos de fibras.

Após o processo de fabricação, as fibras podem ser recobertas com agentes ligantes, com objetivo de promover uma melhor adesão entre a superfície da fibra e a matriz polimérica. Esses agentes ligantes pertencem geralmente ao grupo dos silanos, que apresentam uma estrutura do tipo X_3SiR . O grupamento R é responsável pela adesão à matriz polimérica, já o grupo X é o percussor da adesão à fibra. Deve-se ressaltar que mais de 90% de filamentos contínuos de fibra de vidro são do tipo E, por apresentarem boa flexibilidade e resistência (4, 15).

Tabela 2.2: Composição química de alguns tipos de fibra de vidro (14)

Oxido	Tipo E	Tipo C	Tipo S
SiO_2	55.2	65	65
Al_2O_3	8	4	25
CaO	1.7	14	-
MgO	4.6	3	10
Na_2O	0.3	8.5	0.3
K_2O	0.2	-	-
B_2O_3	7.3	5	-

As propriedades típicas de fibras de vidro do tipo E e do tipo S estão mostradas na tabela 2.3 onde σ é a tensão limite de resistência e E o módulo de Young (módulo de elasticidade) (6, 12).

Tabela 2.3: Limite de resistência e módulo de Young das principais fibras usadas como reforço em compósitos de matriz polimérica (4)

Fibra	σ (MPa)	ε (GPa)
Vidro E	3400	72
Vidro S	4700	80
Aramida	2800	60 - 120
Carbono	2200 - 2700	250 - 400

2.1.4

Mecanismos de falha

Para o estudo dos materiais compósitos é necessário entender um aspecto fundamental: como e onde ocorrem as falhas na estrutura do material (16).

O colapso da morfologia do material pode ser direcionado por uma sequência de micro trincas, delaminações e falha das fibras. Na pesquisa para entender o comportamento micromecânico da falhas, é necessário saber como estas são geradas. Portanto, nos compósitos poliméricos existem diversos modos de falha, que podem ocorrer na fibra, na matriz ou na interface fibra-matriz. A quebra nas fibras depende principalmente da estrutura do material, de seu comprimento, fração volumétrica V_f , orientação, e do carregamento aplicado (16).

A ruptura das fibras (dependendo do grau de adesão entre elas e a matriz polimérica), pode ser causada pelo carregamento de tração. A falha por tração na direção longitudinal por ruptura das fibras normalmente é catastrófica. Entretanto, os carregamentos de compressão podem induzir a falha da fibra

através de microflambagem ou por cisalhamento (figura 2.16(a) e (b)). A microflambagem das fibras causa fratura por cisalhamento na forma de “Kink bands”(figura 2.16(c)) (16).

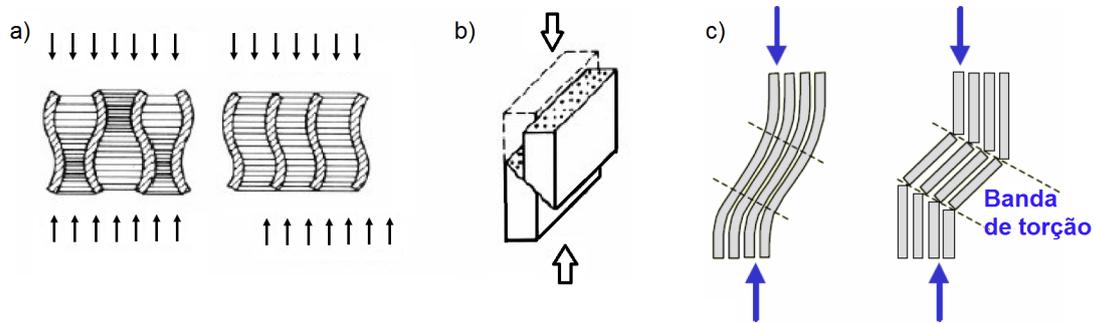


Figura 2.7: Mecanismos de falha à compressão: (a) microflambagem, (b) cisalhamento e (c) falha da fibra por microflambagem (16).

Referente à falha na matriz de um compósito, a resina normalmente possui uma resistência inferior à das fibras. Conseqüentemente, as falhas na matriz podem ocorrer com uma carga bastante abaixo da carga de fratura. Estas falhas podem ser: intralaminares, translaminares e interlaminares (16).

As falhas intralaminares (figura 2.8(a)) e translaminares são trincas que se desenvolvem paralelamente à direção das fibras e comprometem a rigidez e a capacidade do compósito para carregamentos transversais ou de cisalhamento (16).

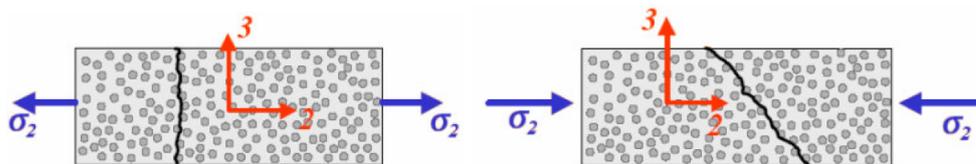


Figura 2.8: Falha na matriz: (a) intralaminar e (b) translaminar (16).

As falhas interlaminares são trincas que se desenvolvem na interface entre duas camadas, podendo causar delaminação. A delaminação é o deslocamento entre duas lâminas adjacentes. As falhas interlaminares são causadas pelos componentes de tensão fora do plano (σ_{xz} , σ_{yz} e σ_z), (figura 2.9). Como não há fibras na direção z do laminado, esta falha pode frequentemente ocorrer com baixos valores de tensões (16). No entanto, esta falha é difícil de prever-se numericamente, pelo fato de que estas tensões não são consideradas pela Teoria Clássica da Laminação (TCL) (16).

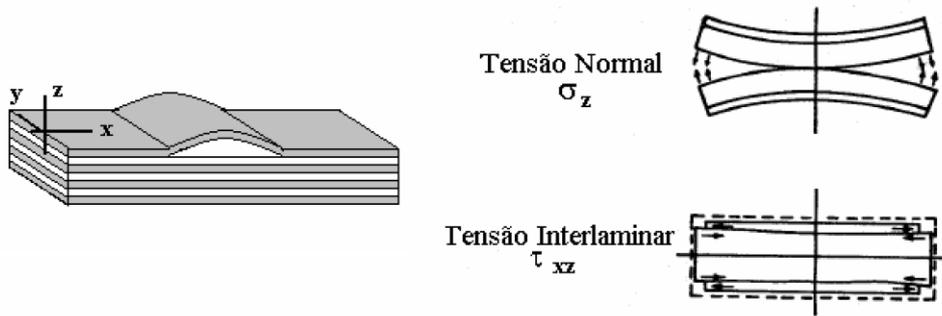


Figura 2.9: Delaminações causadas com tensões interlaminares e normais (16).

Por outro lado, tem-se que a falha da interface fibra–matriz, depende da interação físico-química dos componentes fibras e matriz. Esta interface é considerada como um parâmetro predominante na avaliação da tenacidade à fratura, pois esta define o modo de dano ou falha da lâmina (16).

Quando os compósitos possuem uma interação fibra-matriz fraca, sofrem quebra da interface, proporcionando o descolamento entre a fibra e a matriz, “debonding” (mecanismo 3, figura 2.10). Para compósitos com uma interação forte, há maior probabilidade de que ocorra um rompimento da fibra, que gerará o mecanismo de “pull-out” (mecanismo 1, figura 2.10). Se o compósito possui fibras frágeis, mas de alta resistência, e uma matriz dúctil e interface forte, antes da ocorrência do “pull-out”, observa-se o mecanismo de “fiber bridging” (mecanismo 2, figura 2.10). Para a análise da propagação destas trincas e da resistência residual, nota-se que na região da ponta da trinca concentram-se altas tensões, o que leva à fratura da fibra (mecanismo 4, figura 2.10) ou deterioração da matriz (mecanismo 5, figura 2.10) (16).

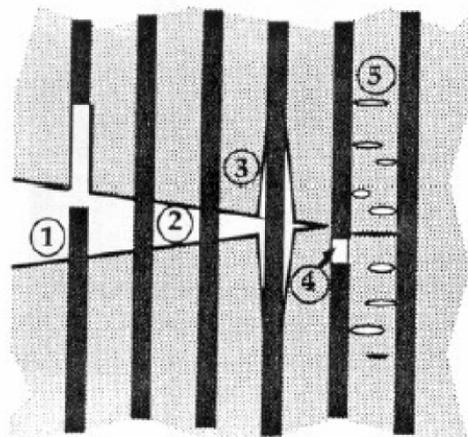


Figura 2.10: Mecanismos de danificação em compósitos poliméricos reforçados (16).

2.1.5

Processamento de compósitos reforçados com fibras

Existem muitos processamentos para os materiais compósitos. Embora, o processo de enlramento filamenlar seja o empregado para a fabricação do composito analisado, a seguir serão abordados de forma sucinta alguns de estes processos.

2.1.5.1

Pultrusão

Esta técnica é usada para a fabricação de compósitos que possuem comprimentos contínuos e uma forma com seção reta constante (hastes, tubos e barras) (figura 2.11). As fibras são impregnadas com uma resina; e são a seguir puxadas através de uma matriz de aço da forma desejada e onde também é estabelecida a razão resina-fibra. O material passa, então, através de uma matriz de cura que é usada para garantir a forma final com precisão. Essa matriz é também aquecida a fim de iniciar a cura da matriz de resina. Um dispositivo de puxamento estira o material através da matriz e também determina a velocidade de produção. As principais fibras empregadas são fibras de vidro, carbono e de aramida e os materiais de matriz incluem poliésteres, ésteres vinílicos e resinas epoxis (17).

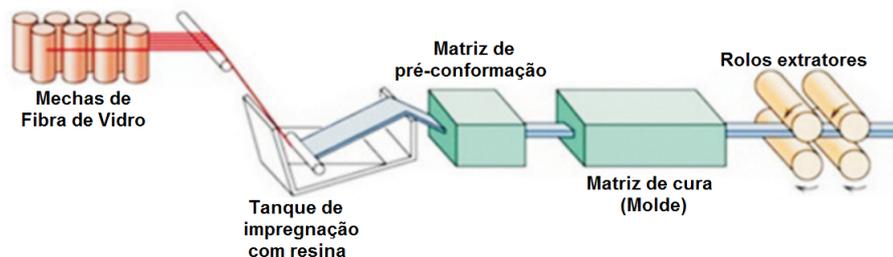


Figura 2.11: Diagrama esquemático que mostra o processo de pultrusão (17).

2.1.5.2

Processos de produção de prepreg

Prepreg é o termo industrial de compósito para reforço com fibra contínua impregnada com uma resina polimérica que é apenas parcialmente curada. Este material é entregue na forma de uma fita para o fabricante, que a seguir molda diretamente e cura completamente o produto sem ter que adicionar nenhuma resina. Este é provavelmente o material compósito mais largamente usado para aplicações estruturais. O processo "prepreg" começa pela colimação de uma série

de mechas de fibras contínuas enroladas numa bobina. Essas mechas são então “sandwichadas” e prensadas entre chapas de papel de liberação e condução usando rolos aquecidos, um processo denominado "calandragem". Estas folhas de papel de descarga são recobertas com um filme fino de solução de resina aquecida de relativamente baixa viscosidade de maneira a fornecer a completa impregnação das fibras. Uma lâmina de metal (espátula) espalha a resina num filme de espessura e largura uniforme. O produto final consiste na fita fina de fibras contínuas e alinhadas embutidas numa resina parcialmente curada (figura 2.12) (17).

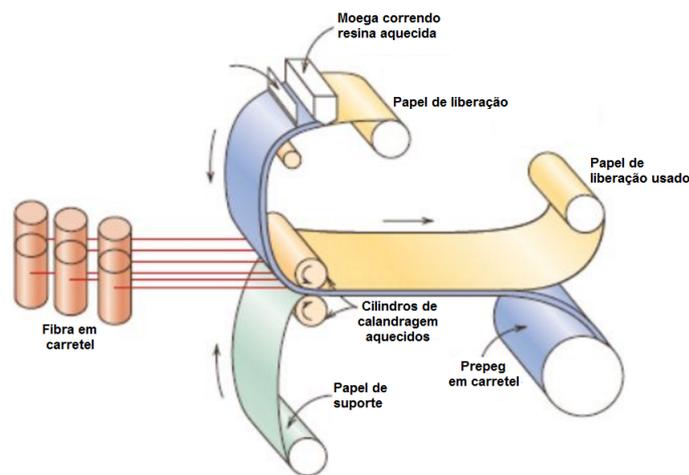


Figura 2.12: Diagrama esquemático ilustrando a produção de fita prepreg (17).

2.1.5.3 Enrolamento filamental

Este processo consiste no posicionamento das fibras de reforço contínuas em um molde para formar divisórias, normalmente cilíndricas. Primeiramente as fibras são alimentadas através de um banho de resina, sendo continuamente enroladas sobre um mandril, empregando um equipamento automatizado de enrolamento. Após ter sido aplicado o apropriado número de camadas, é realizada a cura em uma estufa, depois que o mandril é removido (17). Estes compósitos apresentam alta resistência mecânica. Além disso, possuem um alto grau de controle sobre a uniformidade e orientação do enrolamento das fibras. Quando o processo é automatizado, é muito atraente economicamente. Estruturas comuns que utilizam enrolamento filamental incluem carcaças de motor de foguete, tanques de armazenamento e tubos, e vasos de pressão. Observa-se na figura figura 2.13 os tipos de enrolamento das fibras (17).

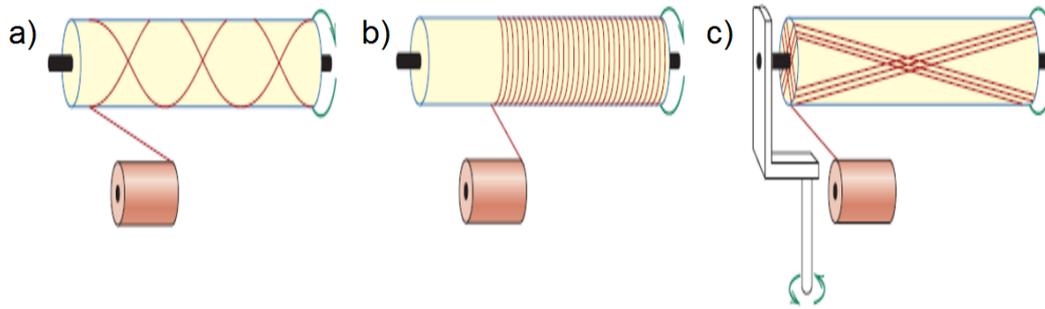


Figura 2.13: Diagrama esquemático ilustrando o enrolamento filamento (17).

2.2

Microtomografia computadorizada de Raios X

Os sistemas de microtomografia μ CT estão disponíveis comercialmente há mais de duas décadas, mas no campo da engenharia tem emergido como uma abordagem no estudo de materiais danificados ou, em geral, na análise de trincas, porosidade entre outras imperfeições, entre outras aplicações. Este campo de pesquisa relativamente recente, integra diversas áreas do conhecimento, como a ciência dos materiais, as engenharias e a biologia com o objetivo de desenvolver e/ou aperfeiçoar as técnicas e os materiais que contribuam com melhoramento destes (2).

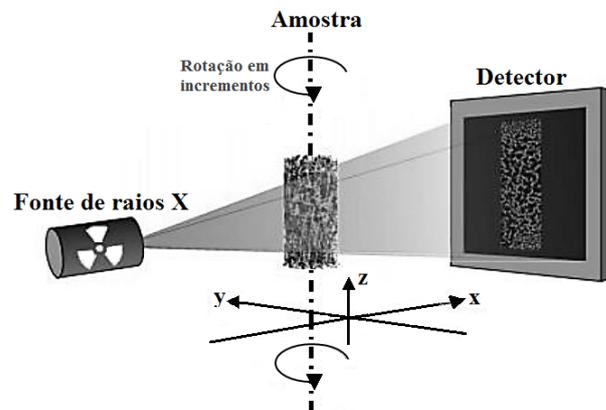


Figura 2.14: Esquema simplificado de um microtomógrafo (2).

A μ CT é uma técnica não destrutiva, que consiste na aquisição de imagens de projeção de raios X (semelhante a radiografias) em diferentes ângulos ao redor de um objeto. Essas projeções, através de um algoritmo matemático de reconstrução, são convertidas em um conjunto de seções, onde cada imagem 2D representa um corte transversal do objeto tomografado. Na figura 2.14 apresenta-se o esquema simplificado dos microtomógrafos. Essas seções, podem ser transformadas, ou renderizadas, em 3D (2).

A técnica, permite a análise de centenas a milhares de seções microtomográficas e visualização tridimensional interna das amostras, além de quantificações automatizadas de área e/ou volume. A μ CT é um procedimento que só se tornou possível com o desenvolvimento e avanços recentes na tecnologia dos computadores de alto poder de processamento (2, 18).

2.2.1

Princípio básico: produção e fonte de Raios X

A radiação X é produzida artificialmente por meio da desaceleração de elétrons contra um material metálico de alto número atômico. O resultado é uma radiação eletromagnética caracterizada por alta frequência, pequeno comprimento de onda e alto poder de penetração. A menor quantidade de qualquer tipo de radiação eletromagnética é designada fóton. O feixe de raios X corresponde ao conjunto de fótons que foram gerados com o bombardeamento de elétrons de alta energia cinética (11).

A redução de intensidade de um feixe, está relacionada à atenuação, enquanto ele atravessa a matéria. Neste caso, pode ocorrer absorção da radiação pelo meio, ou dispersão do feixe. Para melhor compreensão das investigações que envolvem os raios X é importante compreender o conceito de atenuação. Tanto a radiografia convencional como a μ CT, baseiam-se na equação de atenuação dos raios X, que estabelece que a intensidade da radiação medida por um detector é proporcional ao número de fótons presentes no feixe de radiação. Esta intensidade diminui quando o feixe atravessa os materiais, antes de chegar ao detector (11). Ao passarem pela amostra, os raios x são atenuados em intensidades diferentes, em função dos coeficientes de atenuação linear das fases contidas na mesma (2).

Os principais parâmetros que determinam o grau de absorção dos raios X, são o número atômico do material e a densidade. No caso da μ CT, a intensidade da radiação atenuada por um objeto é comparada com a intensidade original da radiação, proveniente da fonte de radiação (2). Desta forma, pode-se calcular a atenuação da radiação no caminho desde a fonte até o detector, atravessando o objeto. Considerando o caso de um objeto homogêneo e fonte monocromática, ou seja, de uma única energia da radiação, sabe-se que, experimentalmente, a intensidade da radiação varia da forma expressada na equação (2-2) (2).

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2-2)$$

Onde, I como se tinha falado, é a intensidade medida após ser atenuada pela amostra, I_0 é a intensidade do feixe incidente, μ é o coeficiente de atenuação linear e x é a espessura da amostra (2).

Na maioria das aplicações da μ CT, sejam elas na área de medicina, indústria ou de pesquisa, as fontes são policromáticas, ou seja, de energias que variam de 0 até um valor de energia máxima, e os objetos não são homogêneos, ou seja, possuem o coeficiente de atenuação variável. A contribuição para a atenuação total resultante depende do valor local do coeficiente de atenuação. A soma dos trajetos percorridos é feita para cada pequeno incremento da espessura do material que compõem o objeto. Desta forma, o coeficiente de atenuação linear, depende da energia e do percurso percorrido pela radiação, por estar relacionado à atenuação da intensidade da radiação (2). O caminho percorrido, está relacionado às regiões de diferentes composições estruturais do objeto. É necessário, então, resolver a relação dada por:

$$I = \int_0^{E_{m\acute{a}x}} I_0(E) e^{-\int_0^d \mu(E) dS} dE \quad (2-3)$$

Onde $E_{m\acute{a}x}$ é a energia máxima, μ o coeficiente de atenuação, I é a intensidade da radiação, I_0 é a intensidade inicial e d é a espessura.

2.2.2

Aquisição das imagens pela técnica

A amostra a ser analisada é colocada sobre uma mesa giratória, entre uma fonte emissora de raios X e um detector (figura 2.15); a radiação atravessa a amostra e a intensidade da radiação é medida pelo detector e armazenada digitalmente como uma projeção 2D. O objeto é rotacionado e uma outra projeção 2D é tomada. Após a rotação completa do objeto, um volume representativo da amostra é reconstruído a partir do conjunto das projeções 2D (2).

A imagem obtida é uma sobreposição de projeções de um volume em um plano bidimensional. Para a criação do volume da amostra a partir destas radiografias é utilizado um algoritmo de reconstrução (2). Esta imagem tomográfica final representa, de maneira indireta o coeficiente de atenuação do material do objeto avaliado. Existe uma questão que gira em torno da qualidade da imagem, ou seja, o quão fiel é a imagem ao reproduzir o objeto tomografado. Este fato aponta diretamente ao conhecimento de ruídos e artefatos devidos à radiação, ao detector, à eletrônica, etc (19).

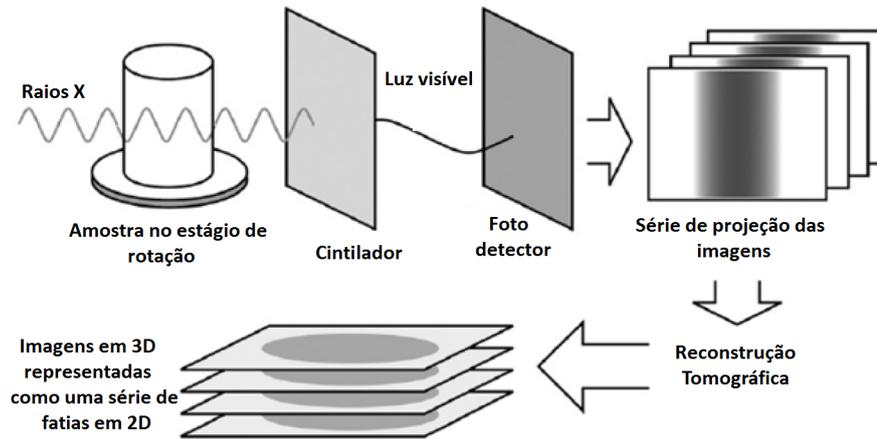


Figura 2.15: Ilustração esquemática do processo de Microtomografia Computadorizada (19).

2.2.3

Reconstrução e formação da imagem em 3D

Uma vez obtido o conjunto das projeções do sistema μCT , dá-se então a necessidade de sua reconstrução. Existem diversas formas de efetuar esta reconstrução da imagem tomográfica (19). Pode-se representar matematicamente a reconstrução, como sendo a absorção total ao longo do caminho, $f(x, y) = \tau$, onde cada projeção é dada pela função $L_z = (x, \theta)$ (figura 2.16(a)), ou seja, é uma coleção das funções $f(x, y)$, para um ângulo de rotação específico. O conjunto destas projeções gera o sinograma ou Transformada de Radon (figura 2.16(b)), que reconstruído através de algoritmos específicos, fornece uma coleção de fatias de imagens (19).

A imagem final reconstruída representa uma matriz digital $N \times M$, onde N representa o número de pixels na vertical e M os da horizontal. Cada pixel apresenta um tom de cinza, que é proporcional aos coeficientes de absorção, ponto a ponto. Tons mais claros representam regiões mais densas e cinzas mais escuras representam as regiões de menor densidade.

Já reconstruídas as fatias, o seguinte passo consiste no processamento das imagens bidimensionais, revelando as características internas e então são criados modelos 3D para obter os dados que serão quantificados (2).

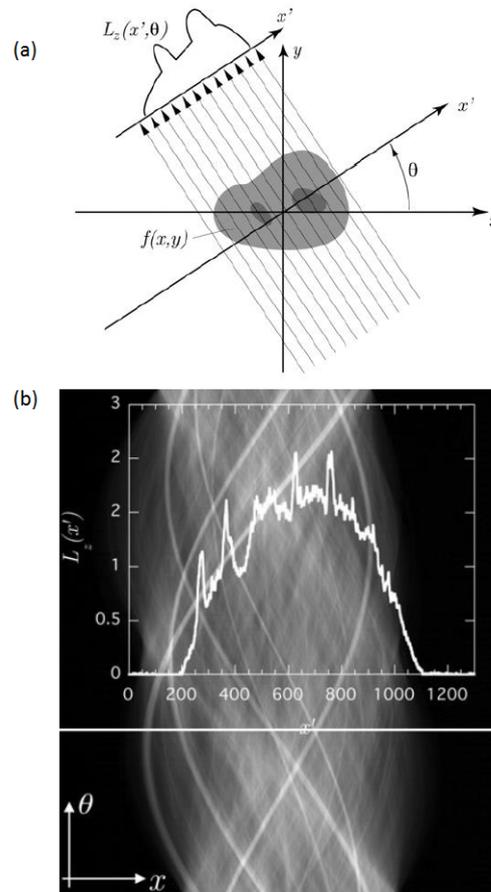


Figura 2.16: (a) Ilustração do modelo de absorção de raios-X usado para a reconstrução tomográfica e (b) o corresponde ao sinograma (conjunto das projeções) (19).

2.2.4 Magnificação e resolução

Diferentes resoluções também podem ser alcançadas geometricamente, como mostra a Figura 2.17, através da modificação das distâncias entre a amostra e a fonte de raios X (distância a na figura 2.17) e entre a amostra e o detector (distância b na figura 2.17), possibilitando trabalhar com diferentes ampliações. Contudo, sendo a resolução inversamente proporcional à magnificação, existe um valor limite da magnificação onde a resolução não será comprometida. A relação entre a magnificação (M) e as distâncias (a) e (b) é dada pela equação: $M = (a + b)/b$. E a relação entre M e a resolução (R) é dada por: $R = k/M$, onde k é o tamanho do pixel no detector.

A técnica de μ CT computadorizada apresenta resolução da ordem de microns. Dentre às demais técnicas de tomografia, a μ CT difere em relação ao diâmetro do foco do tubo de raios X, variando de 4 a 1 mm para o foco normal até 100 a 1μ m para o microfoco. Esta característica é importante, pois

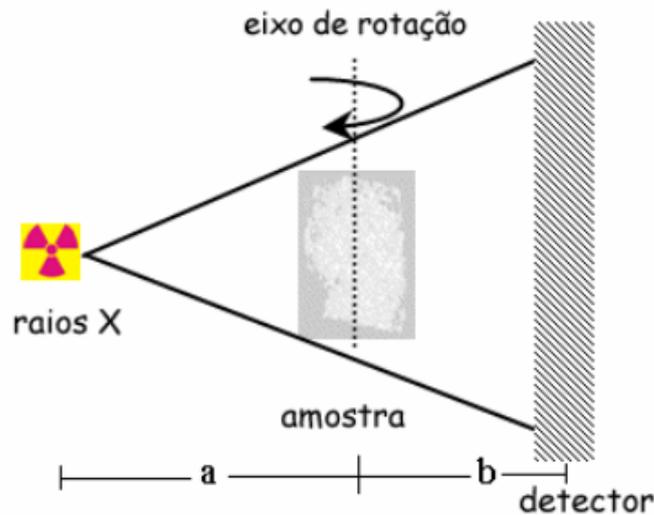


Figura 2.17: Esquema da geometria interna básica de um microtomógrafo (19).

quanto menor o tamanho do foco do tubo, melhor será a resolução das amostras obtidas (2).

2.3

Processamento e análise digital de imagens (PADI)

PDI faz referência ao conjunto de operações matemáticas realizadas sobre uma imagem digitalizada, com o objetivo de melhorar a imagem para extrair a maior informação dela, corrigindo defeitos de aquisição, realçando detalhes de interesse (20). Por outro lado, a Análise Digital de Imagens (ADI) permite a extração, tratamento e quantificação de dados a partir de imagens digitais. Pode-se realizar através dela medições mais rápidas, precisas e impossíveis de se executar manualmente. A abreviatura PDI comumente, faz referência às duas áreas (PDI e ADI), mas neste trabalho, será utilizada a expressão Processamento e Análise Digital de Imagens (PADI) para descrever as duas (19, 20).

As etapas que constituem o PADI, estão baseadas em algoritmos numéricos e rotinas e são efetuados em uma sequência que depende do interesse sobre o aspecto final da imagem. Na figura 2.19 é apresentada a sequência padrão do PADI, dividida em três grupos: Aquisição, PDI e ADI (19, 20).

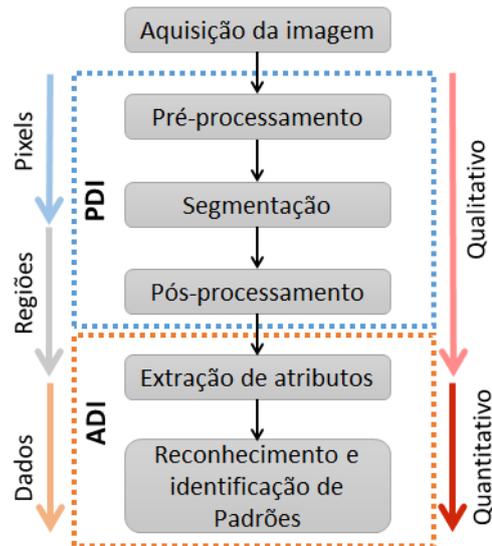


Figura 2.18: Esquema da sequência padrão de PADI (19).

2.3.1

Aquisição da imagem

A aquisição da imagem corresponde ao primeiro passo no processamento digital de uma imagem. Para levá-la a cabo são necessários dois elementos: um sensor, que converterá a informação capturada em sinal elétrico e um digitalizador que transformará a imagem analógica em imagem digital (19, 20).

2.3.2

PDI

O objetivo geral do pré-processamento é melhorar a imagem, corrigindo desta forma defeitos que vem da aquisição da imagem, realçando detalhes importantes para sua posterior análise. Na segmentação, pretende obter uma imagem da qual será extraída toda a informação. Tem como objetivo reconhecer objetos formados pelo contínuo agrupamento de pixels na imagem e separá-los uns dos outros e separando-os também do fundo. Como resultado obtém-se em alguns casos, uma imagem binária na qual os pixels pretos (de valor 0) indicam o fundo e os pixels brancos (de valor 1) representam os objetos de interesse. A tarefa básica desta etapa consiste então, em dividir uma imagem em suas unidades significativas, ou seja, nos objetos de interesse que a compõem. Esta tarefa parece fácil, mas é das mais difíceis de implementar (21).

Muitas vezes precisa-se realizar uma etapa de pós-processamento com o objetivo de corrigir defeitos da segmentação. Esta etapa de pós-processamento

envolve operações lógicas e morfológicas as quais podem agrupar objetos para formar objetos mais complexos ou eliminar objetos que não representam informação significativa (21).

2.3.3

ADI

Na última etapa, tem-se a extração de características das imagens. Tem como objetivo medir os objetos segmentados na imagem, e assim gerar dados quantitativos que representam seus atributos e estruturas características. O reconhecimento e interpretação de objetos baseado em suas características, corresponde então, à etapa final na sequência do PADI, na qual os dados quantitativos são analisados e transformados em conhecimento (21).

2.4

Aplicação da técnica de microtomografia nos materiais compósitos

Buffierá R. e colaboradores em 1998, fizeram estudos no desenvolvimento de danos dentro de uma compósito de alumínio (Al) reforçado com partículas de carbetto de silício (SiC) avaliado mediante ensaios mecânicos *in situ* utilizando tomografia de raios X, o que permitiu a melhora na detecção das fibras imersas na matriz, além disso, mostrou a presença de trincas dentro do material. Os experimentos foram realizados utilizando uma fonte de raios-X síncrotron na linha ID19 no European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) em Grenoble. O estudo mostra a importância da microtomografia de raios X para a caracterização dos danos em um compósito, já que permitiu a detecção de fissuras nos reforços. Aparentemente a taxa de crescimento de danos nas partículas de SiC foi fortemente influenciada pela presença de uma superfície livre. Isto foi devido à alta coerência da radiação (valido só para raios X, gerados em síncrotron) na região de interface entre a matriz de Al e SiC (22).

Schilling e colaboradores em 2005, por sua parte estudaram materiais reforçados com matriz polimérica. Eles analisaram amostras com uma variedade de dimensões e danos, para determinar a geometria dos defeitos, tendo em conta a resolução do sistema (23). Eles reportam em seu trabalho que os ensaios não destrutivos (NDT) de materiais compósitos são complicados devido à extensa lista de defeitos encontrados, por exemplo: delaminação, microfissuras, fratura e arrancamento das fibras, trincas na matriz, inclusões, espaços vazios e danos por impacto (23). O sistema utilizado por eles foi o MicroScanner SkyScan 1072 desk-top X, que consistia em um tubo de raios X operando na faixa 20 -100 kV / 0 – 250 μ A, com uma potência máxima de 10W. Os dados

foram coletados em 100 kV e 98 μA . O detector de raios X consiste em uma tela de cintilador com 1024 x 1024 pixels. Os resultados obtidos a partir da implementação da μCT , demonstraram que a técnica facilita a caracterização da geometria interna de defeitos. Para isto foi necessária a realização de testes para avaliar a capacidade de detectá-los, com a aplicação de um corante (mistura de álcool isopropílico (5 ml), iodeto de zinco (30 g), solução Kodak foto (5 ml) e água destilada (5 ml)), que tornou possível a distinção da configuração tridimensional de fissuras internas e microfissuras. A aplicação do corante penetrante foi acertada, já que facilitou a pesquisa de amostras com tamanhos maiores, mas a técnica é limitada, devido em alguns casos à existência de ligação entre os danos e à penetração do corante (23).

Schell J.S.U., Renggli M., entre outros pesquisadores em 2006, avaliaram a μCT como uma ferramenta para determinar a geometria de vazios em um conjunto de fibras, em compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de vidro (GFRP) manufacturados pelo processo de injection Liquid Composite Moulding (LCM) figura 2.19 . A resolução da μCT usada permitiu a visualização de cada fibra separadamente e dos vazios entre as fibras. A estrutura em geral apresentou uma característica de vazios, e usando técnicas de pós-processamento os dados resultados das tomografias foram convertidos em modelos de elementos finitos. Os resultados dessas simulações foram utilizados para prever a criação de espaços vazios em um tecido impregnado (24).

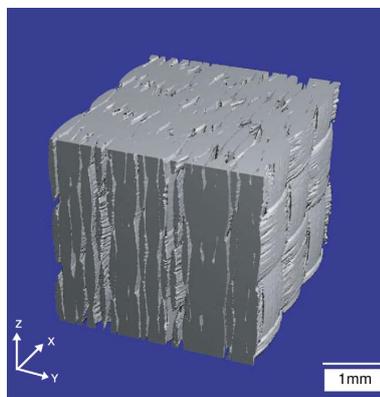


Figura 2.19: Imagem 3D do material compósito analisado (24).

Wright P., e colaboradores em 2008, apresentaram o uso da tomografia computadorizada com radiação sincroton, para obter resolução sub-micron de danos em compósitos de fibra de carbono-epóxi. A estrutura e a interação dos danos foram visualizadas em 3D de uma forma não observada anteriormente, em configurações práticas de engenharia. A resolução alcançada utilizando a técnica de tomografia com radiação sincroton, foi da ordem de $0,3 \mu\text{m}$. As vantagens destes sistemas são que as imagens podem ser produzidas mais

rapidamente com melhor resolução espacial e uma boa redução de artefatos (9). Além disso, a técnica oferece a capacidade de revelar as trincas em materiais de baixa densidade, graças à utilização de contraste de fase. Em resumo as informações obtidas da reconstrução dos volumes das amostras permitiram a caracterização da microestrutura destes materiais em uma escala não obtida em ensaios não destrutivos. Os autores consideram que foi possível avaliar com precisão os danos existentes em termos de resistência mecânica (9).

Posteriormente, Sinan F.; e colaboradores em 2012, utilizaram a μ CT em compósitos laminados de poliéster reforçados com fibra de vidro e fibra de vidro + aramida. O objetivo principal deste estudo foi visualizar a variação dos danos de impacto devido ao tipo de reforço, usando μ CT. Após testes de impacto de baixa velocidade, foram visualizados novamente os compósitos. Neste estudo, foi avaliada a variação de parâmetros tais como, a força de impacto contra o deslocamento, o deslocamento vs tempo, afim de descobrir o efeito da tensão nas fibras no processo de dano dos compósitos durante o teste de impacto (25).

A análise revelou os danos internos (delaminação, ruptura de fibra, trincas na matriz) destas amostras de compósitos impactados. Mostrou-se que a adição de fibras + aramida ao lado de fibras de vidro aumenta significativamente a capacidade de carga dos compósito a baixa velocidade de impacto. A técnica mostrou sem duvidas que as fibras de vidro + aramida melhoram muito a resistência ao impacto. Mostrou-se que o padrão de delaminação (modo de falha) 3D no compósito reforçado com vidro é mais visível devido à natureza das fibras de vidro, ao apresentar alta resistência à tração (seção 2.1.3.3). Ao serem adicionadas as fibras de aramida, esse padrão perdeu sua eficácia (ver Figura 2.20) (25).

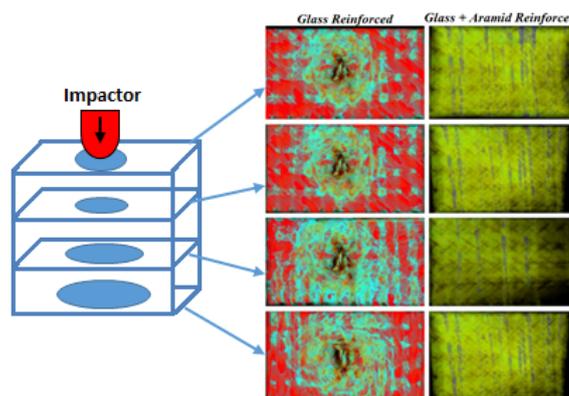


Figura 2.20: Mapas de delaminação em 3D dos compósitos impactados (25).

Em caso parecido, Madra A., e seu grupo de colaboradores no ano de 2014, trabalharam com um material compósito reforçado com fibras de vidro

e obtiveram uma representação tridimensional por μ CT. Eles aplicaram vários métodos de segmentação de imagens para classificar seus resultados (17). As imagens segmentadas foram usadas para realização da análise qualitativa e quantitativa da porosidade presente no material. Desenvolveram ferramentas de processamento de imagem para definir com precisão a distribuição da porosidade. Ao final de sua análise eles determinaram que a μ CT, possui um alto potencial para obter indicadores como: a caracterização de padrão a nível global, seguido pela caracterização em camadas da resina e para a análise das fibras individuais e desta maneira otimizar o processo de fabricação. A análise mostrou que devido ao processo de fabricação existe um elevado índice de porosidade nas camadas, o que duplica a quantidade de porosidade presente na resina. A confiabilidade dos resultados obtidos está diretamente associada à qualidade dos resultados da microtomografia e dos parâmetros do processo de segmentação (26).

Czabaj e colaboradores no 2014, apresentaram uma análise experimental e computacional dirigida à visualização e reconstrução numérica de um polímero reforçado com fibras. Estudaram uma amostra de compósito unidirecional de grafite/epóxi com resolução submicron utilizando μ CT. Fizeram a reconstrução numérica através de um algoritmo de segmentação, para detectar e estimar com alta precisão a posição de fibras individuais em um volume do compósito. Ou seja, quantificando a distribuição relativa das fibras nas secções transversais do volume da imagem capturada. Trabalharam com amostras de tamanhos pequenos, podendo escolher amostras maiores, mas isto gerava um aumento no tempo de exposição e perda de resolução. Os dados segmentados mostraram uma representação do modelo sólido das fibras e da resina, utilizando um software comercialmente disponível de elementos finitos (FE) (27).

Rique A. e colaboradores no 2014, estudaram os vazios apresentados em juntas formadas por compósito de resina epóxi reforçada por fibra de vidro, de forma de minimizar resultados catastróficos a nível industrial. Uns dos principais parâmetros que estão sendo caracterizados é a porosidade (28).

Em conclusão, o uso de imagens geradas pela técnica de μ CT permite uma visualização de dados em 2D, que são transformados em dados 3D, o que ajuda na análise das características morfológicas das amostras, em especial no estudo de estruturas complexas. A μ CT pode ser utilizada em materiais que apresentem diferença de densidade suficientemente grande entre seus constituintes ou na composição atômica. Uma das aplicações é o mapeamento de porosidade de materiais dada a grande diferença de densidade entre os poros e o material circundante (3).

A aplicação da técnica tem permitido a obtenção de imagens que dão a possibilidade de identificar os danos e partículas, apresentando um grande potencial na apreciação de defeitos tais como trincas, vazios e imperfeições e dessa maneira, identificar e verificar a boa qualidade do material para determinadas aplicações. Alguns pesquisadores determinaram que com a incorporação de corante ao material, era possível caracterizar a configuração tridimensional das trincas.

Pelo exposto anteriormente conclui-se que o método de análise por microtomografia mostrou-se adequado para observação das amostras de materiais compósitos. Uma das principais vantagens é gerar imagens tridimensionais e penetrar em profundidade no interior das amostras permitindo uma análise quantitativa e não destrutiva. Como desvantagens temos o tempo de exposição que alguns casos pode ser extremamente longo e a pouca resolução das imagens, quando comparada com técnicas tradicionais, 2D, de microscopia.

3

Materiais e métodos

Neste tópico é abordado o desenvolvimento experimental, descrito em três fases a saber: primeiro é feita a descrição das amostras; segundo, a obtenção das imagens através da técnica de microtomografia, bem como o ensaio mecânico realizado e a respectiva descrição do equipamento; por último apresentam-se a reconstrução, processamento e análise das imagens e a posterior quantificação dos objetos. A aquisição destas imagens foi realizada em duas etapas: a primeira refere-se aos corpos de prova originais tomografados 3 vezes, para teste de sensibilidade, e a segunda etapa são tomografadas as amostras ensaiadas duas vezes para a avaliação e quantificação dos danos gerados no material.

3.1

Corpos de prova de material compósito

O material que foi caracterizado nesta pesquisa foi sintetizado pelo laboratório de materiais da PUC-Rio e foi fornecido pronto. Este material consiste em um compósito de matriz polimérica, reforçado com fibras alinhadas em uma só direção. Estes materiais foram fabricados pelo processo de prensagem e cura à vácuo de lâminas de pré-impregnados, obtidas por processo de enrolamento filamentar (*filament winding*). As fibras empregadas foram fabricadas na forma de filamentos contínuos, enroladas em um mandril cilíndrico, recoberto antecipadamente por um filme de poliéster termoplástico, que foi impregnado pela resina epoxi (figura 3.1) (29).

Após a etapa de enrolamento das lâmina, foi espalhada a resina sobre as fibras, com auxílio de um rolo compressor. Esta etapa tem também como função retirar o excesso de resina. Logo foram recobertas as fibras impregnadas com um novo filme de poliéster. Foi cortada longitudinalmente a lâmina de pré-impregnado, removida do mandril e armazenada sob baixa temperatura a fim de retardar o processo de cura da matriz polimérica, figura 3.1 (29). O compósito final, foi obtido pelo empilhamento das lâminas, após se retirar os filmes protetores de poliéster (29).

Usou-se como matriz uma resina epoxi básica (código DER33), tendo como endurecedor a amina hexafuncional de código DEH 24, com módulo de

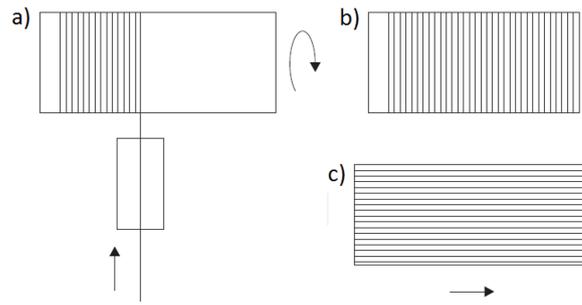


Figura 3.1: Representação esquemática do processo de fabricação de pré-impregnados. a) Impregnação e enrolamento, b) Corte e c) Lâmina de pré-impregnado(29).

elasticidade de $E_m = 2,4 \text{ GPa}$ (30). Como reforço foram utilizadas fibras de vidro do tipo E, com módulo de elasticidade de $E_f = 72,5 \text{ GPa}$ (30), na fração volumétrica de 50% (29).

A análise de trincas e defeitos foi realizada em duas amostras do material compósito descrito anteriormente, mas com características visivelmente distintas. O corpo de prova 1 (CP1) tinha um entalhe, reduzindo sua largura de 12,7 para 7 mm, tendo o entalhe sido feito perpendicularmente às fibras. A ideia foi criar uma região que sofreria diferente tensão e deformação durante o ensaio mecânico. Já o corpo de prova 2 (CP2) não tinha entalhe. Ambos os corpos de prova foram usinados nessas dimensões para permitir atingir maior resolução espacial no microtomógrafo (19). Na figura 3.2 apresentam-se estes corpos de prova do material compósito e suas respectivas dimensões.

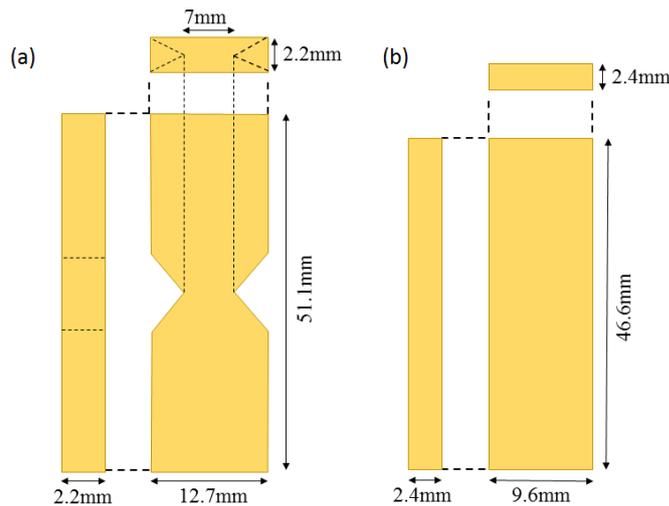


Figura 3.2: Dimensões do material compósito (a) CP1 e (b) CP2.

3.2

Ensaio de flexão de três pontos

Este ensaio consiste na aplicação de uma carga crescente em determinados pontos de uma barra geometricamente padronizada (figura 3.3). A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova (35). Neste tipo de ensaios estima-se o desempenho mecânico de um material quando é submetido a um carregamento. Além disso, permite obter valores tais como: resistência máxima, módulo de elasticidade à flexão e energias de iniciação e propagação de trinca. Para materiais compósitos, este ensaio é normalizado por ASTM D790 e ISO 178. Ele mede a força necessária para dobrar o corpo de prova em uma condição de carregamento em três ou quatro pontos (35).

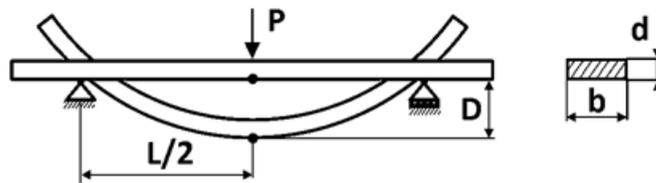


Figura 3.3: Descrição gráfica do ensaio de flexão de três pontos (35).

Nesta pesquisa foi aplicado este ensaio para os CPs 1 e 2, tendo como objetivo avaliar o crescimento de trincas e determinar a tensão de ruptura, para permitir avaliar propriedades mecânicas como o módulo de elasticidade à flexão. Este módulo é definido como a rigidez ou resistência do material à deformação elástica. Pelo tanto, quanto maior seja este valor, mais rígido será o material. Em nosso caso, a amostra foi apoiada em dois suportes, um deslocamento é aplicado no centro e a força resultante é medida, quando a amostra é dobrada, um gradiente de tensão ocorre desde a máxima tensão de tração em uma das superfícies, passando por um eixo neutral sem tensão, até a máxima tensão de compressão na outra superfície (35).

Para o material compósito estudado a deflexão pode ser calculada, deixando r igual 0,05 [mm/mm] de acordo com a norma ASTM D790(35) segundo a seguinte equação:

$$D = \frac{rL^2}{6d} \quad (3-1)$$

Onde D é a deflexão [mm], L é o vão ($L = 33\text{mm}$ e $L = 39\text{mm}$ para corpo 1 e 2 respectivamente) e d é a profundidade [mm].

No ensaio de flexão são medidas a máxima tensão de tração que relaciona-se à tensão máxima de tração nas fibras externas e sua correspondente deformação à flexão, segundo as equações (3-2) e (3-3) respectivamente:

$$\sigma_f = \frac{3.P.L}{2.b.d} \quad (3-2)$$

$$\varepsilon_f = \frac{6.D.d}{L^2} \quad (3-3)$$

Onde σ_f e ε_f são a tensão e deformação respectivamente, P é a força, b é a largura da viga, d a espessura da viga e D é a deflexão máxima no centro da viga (Ver figuras 3.1 e 3.3) (35).

Estes ensaios de flexão em tres pontos, foram realizados na PUC-Rio, no Laboratório de Microcaracterização de Materiais. O modelo usado nesta pesquisa foi a Monocoluna de mesa AME-2kN, com capacidade de 2kN (200kgf) (Ver figura 3.4). É totalmente controlado pelo software DynaView Standard/Pro M e fornece os valores da força e tempo que são usados para calcular a tensão e deformação. Possui velocidades de ensaio de 0,05 até 500mm/min. O diâmetro máximo do corpo de prova é de 120mm, a temperatura de operação de 0 a 40°C e a temperatura de armazenamento de -10 a 50°C (36).



Figura 3.4: Máquina Universal de Ensaio implementada (36).

3.3

Sistema de microtomografia de Raios X

Para a obtenção das imagens tomográficas das amostras de material compósito foi utilizado um microtomógrafo de raios X modelo Zeiss-XRadia Versa 510, do fabricante ZEISS, do Departamento de Engenharia Química e de Materiais da PUC-Rio (figura 3.5). Este equipamento conta com uma fonte de raios X, um porta amostras, um detector acoplado a uma camera CCD,

um conjunto de lentes ópticas de, 4X, 20X E 40X (figura 3.6). Atinge uma resolução espacial de $0,7 \mu\text{m}$, uma voltagem variável entre 30 - 160 kV, uma potência máxima de 10W. A amostra pode ter até 300 mm de espessura e 15 kg (31).



Figura 3.5: Microtomógrafo Zeis Xradia 510 Versa (31).

A arquitetura Xradia Versa, utiliza uma técnica de magnificação em duas etapas: na primeira etapa, a ampliação das imagens é feita através de magnificação geométrica (0,4X) equivalente a μCT convencional. Na segunda etapa, um cintilador converte os raios X em luz visível que é então ampliada opticamente. Isso facilita estudar uma ampla gama de tamanhos nas amostras de forma eficaz (figura3.6) (31).

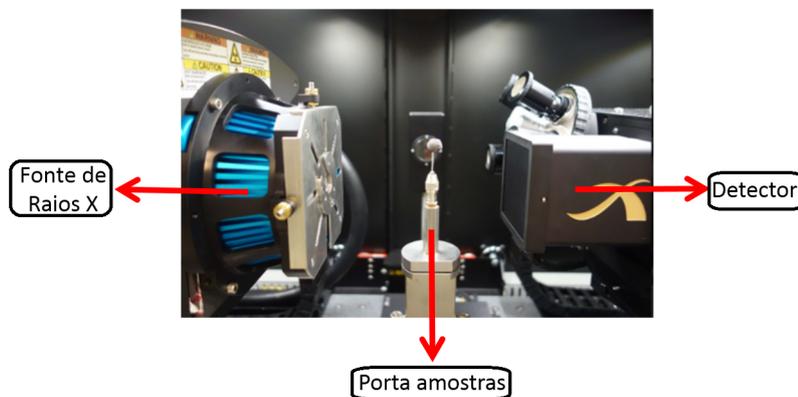


Figura 3.6: Componentes internos do equipamento (31).

3.3.1

Captura da imagem com o microtomógrafo

A captura da imagem se realiza através do software Scout and Scan Control System, e é explicada de forma sucinta na tabela 3.1.

Tabela 3.1: A captura da imagem no microtomógrafo

Processo	Descrição
Nova Tomografia	Criação de um novo arquivo.
Alinhamento aproximado da amostra	O foco principal nesta etapa é a amostra, deve ter-se a precaução que ela não bata no detector, ela é colocada sobre um porta amostra que é controlado mecanicamente através do software, a ideia é centralizá-la nos eixos x, y, z.
Parâmetros modificados	Nesta etapa são escolhidos os parâmetros como: Lente objetiva que varia entre 0,4X, 4X, 20X, 40X (lentes ópticas); binning, ou agrupamento dos pixels do detector - valores de binning > 1, por exemplo 2, e 4, implicam perda de resolução, mas se converte em menor tempo de exposição.
Verificação	O software verifica os valores dos parâmetros e estabiliza o sistema.
Execução	A amostra é exposta aos raios X e o detector recolhe a informação da amostra.

3.3.2

Condições de aquisição e análise das imagens

Para os corpos de prova analisados não foi feita nenhuma preparação inicial e foi utilizada a mesma metodologia para garantir que as comparações fossem feitas sob os mesmos critérios. Na tabela 3.2, listam-se as diferentes condições de aquisição.

Tabela 3.2: Condições de aquisição

Parâmetros	Condições
Magnificação óptica	0,4X
Nº de projeções	1601
Voltagem (kV)	80
Potencia (W)	7
Tempo de exposição (s)	0,5
Tempo total (h)	2
Tamanho do pixel (μm)	13,75
Binning	2
Filtro	LE3

Para esta análise utilizou-se uma resolução em torno de $13.75 \mu\text{m}$, permitindo uma análise da amostra completa em um tempo razoável. Para isso, usou-se a lente de 0,4X. Com o objetivo de reduzir o tempo total de análise, foram testadas reconstruções a partir de 800, 1600 e 3201 projeções,

escolhendo-se um valor intermediário de 1600 projeções. O tempo descrito na tabela de 0,5s e equivale a uma aquisição projetada.

3.3.3 Reconstrução das imagens

As diversas projeções de μ CT devem ser processadas por um algoritmo de reconstrução para que as imagens de camadas sejam obtidas. Este é um procedimento padrão em softwares acoplados aos equipamentos de microtomografia. O software de reconstrução utilizado nas imagens produzidas no equipamento de microtomografia o software XMReconstructor - Cone Beam – 11.04779.16251, do sistema Zeiss (31). A tabela 3.3 descreve os parâmetros de reconstrução mais relevantes, mantidos iguais para ambos os corpos de prova.

Tabela 3.3: Condições de reconstrução

Beam Hardening Constant	0.26
Center Shift	-1.6
Byte Scaling (Min - Máx)	0.001 - 0.125

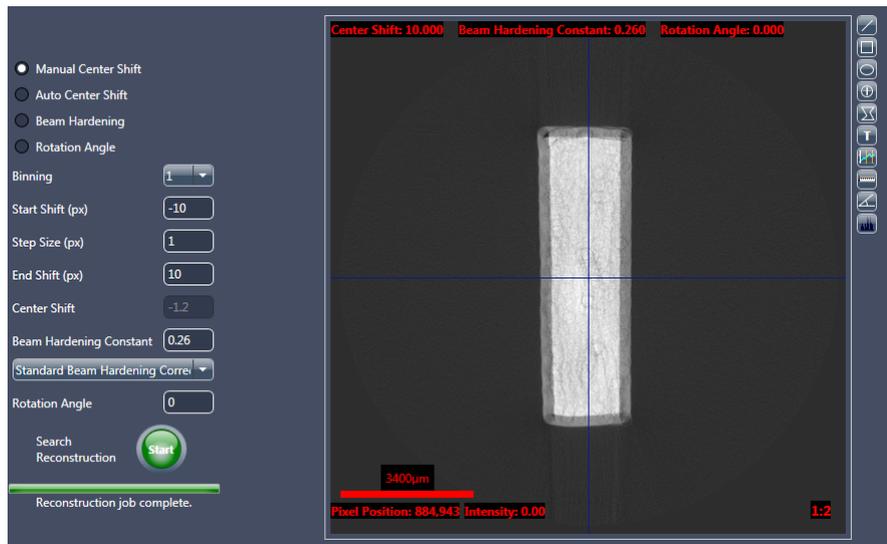


Figura 3.7: Faixa de “Center Shift” na determinação do melhor valor.

Na primeira fase da reconstrução das imagens se precisa escolher o parâmetro chamado “Center Shift” como mostra a figura 3.7. Este parâmetro indica a quantidade de pixels que o eixo de rotação está desviado do centro da coluna do detector. O valor de Center Shift é variado até encontrar-se a condição que gera a imagem mais nítida (31).

Na segunda fase da reconstrução se escolhe a correção do artefato “Beam Hardening” em uma seção 2D da amostra (figura 3.8), este ocorre quando

os elétrons de baixa energia são atenuados nas bordas da amostra, tornando as imagens mais claras nas extremidades. Para definir este valor é necessário desenhar uma linha na imagem e quantificar os tons de cinza em cada ponto desta linha. O melhor valor empregado na reconstrução será aquele no qual a imagem reflete um gráfico plano (figura 3.9) (31).

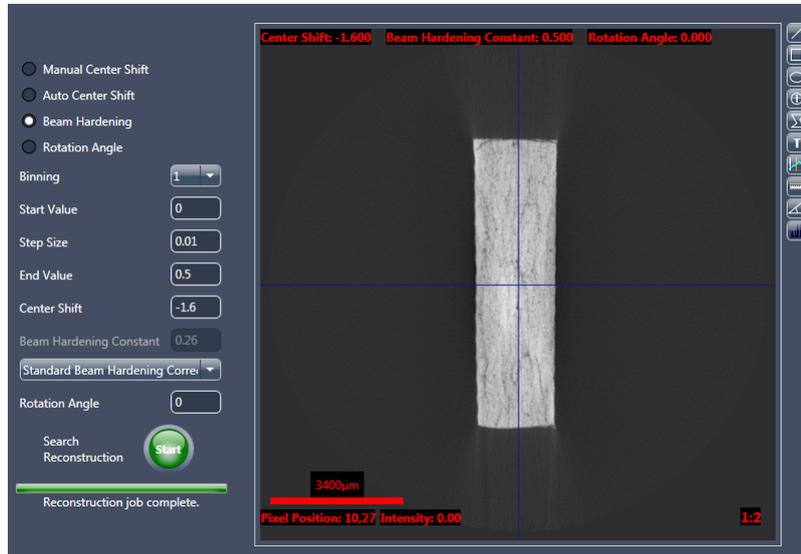


Figura 3.8: Faixa de “*Beam Hardening*” na determinação do melhor valor.

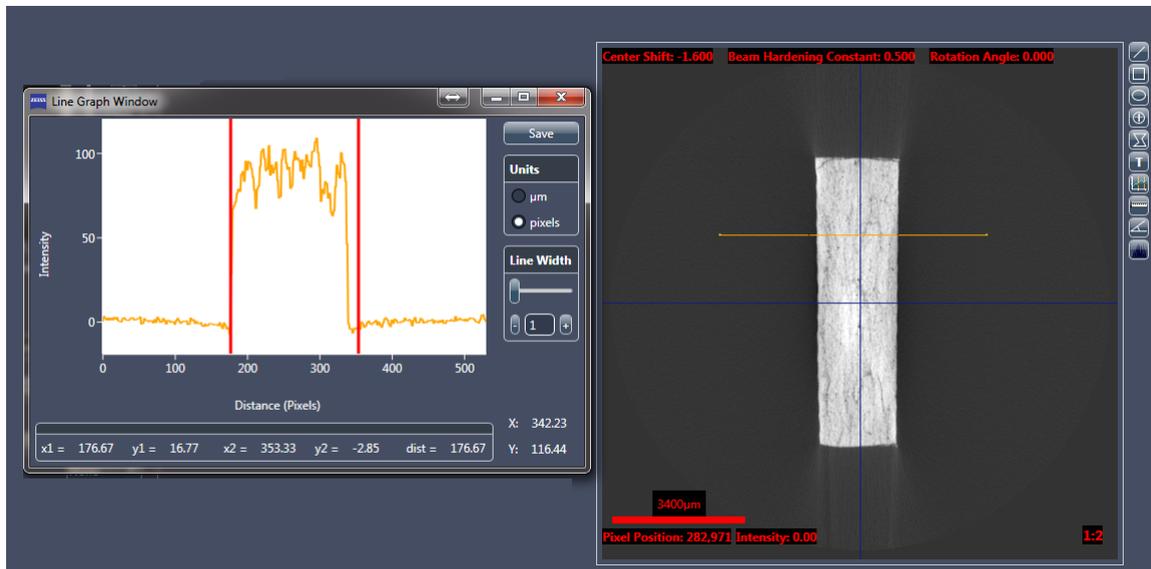


Figura 3.9: Faixa de “*Beam Hardening*” na determinação do melhor valor.

A última seleção é o parâmetro denominado “*Byte Scaling*”, que corresponde à escala em relação aos tons de cinza. Define-se dentro da escala de reconstrução que o software impõe, os valores que serão convertidos para 8 a 16 bits. Os valores máximo e mínimo inseridos indicam onde começa e termina.

Ao final da aplicação do parâmetro nota-se a melhora do contraste da imagem, eliminando com isto, artefatos que podem afetar a quantificação. Esta etapa é personalizada, vai depender da intenção final (figura 3.10) (31).

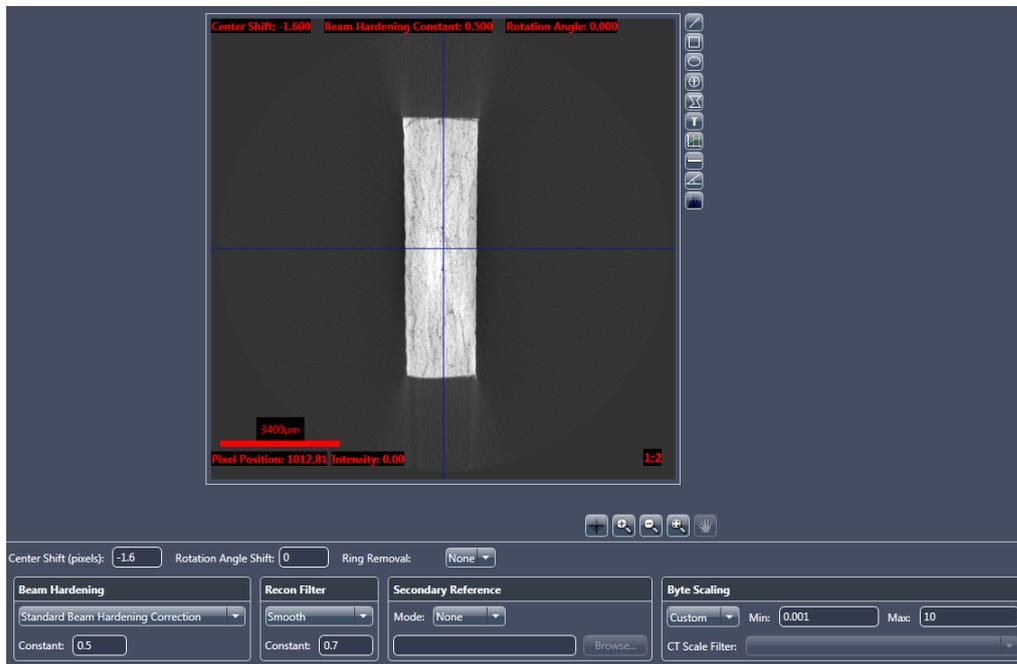


Figura 3.10: Faixa de “Byte Scaling” na determinação do melhor valor.

3.4 PADI

Uma vez obtidas as imagens reconstruídas, segue-se a etapa de processamento de imagens. Esta etapa é normalmente constituída por passos de pré-processamento para redução de ruído, segmentação para discriminação dos defeitos e pós-processamento para eliminação de objetos e artefatos. Ao final, são gerados modelos de visualização em 3D.

Em nosso caso, durante o processamento e análise destas imagens foram usados softwares de análise em 3D, que atuam sobre o volume da amostra. Os principais softwares utilizados para o processamento foram: ORS (32), DataViewer (33), CTAn (34) e os softwares livres CTvol e FIJI (ImageJ). Nesta pesquisa não foi necessário utilizar uma etapa de pré-processamento. As etapas de segmentação e pós-processamento foram basicamente as mesmas para todas as imagens de μ CT. Isto é, as ferramentas utilizadas nos softwares foram similares com o objetivo de fazer a respectiva comparação.

3.4.1

Avaliação do método de análise

Para uma melhor compreensão da metodologia experimental empregada é necessário entender a sequência de avaliação da incerteza do procedimento. A metodologia foi dividida em 2 etapas: na primeira etapa se fez a calibração da sensibilidade do procedimento, tomografando os corpos de prova (CPs), 3 vezes antes do ensaio de flexão como descrito na tabela 3.4. Já na segunda etapa, a amostra foi tomografada 2 vezes, após aos ensaios mecânicos, para avaliar os danos (tabela 3.4).

Tabela 3.4: Avaliação do método: etapas de captura das imagens sob as condições de aquisição (tabela 3.3)

Etapa	Sequência	Nome	Código
1	Tomografia e reconstrução inicial da amostra	Inicial1	I1
	Tomografia sem retirar a amostra do tomógrafo	Inicial2	I2
	Tomografia após retirar e recolocar a I1 no tomógrafo	Retirada	Ret
2	Tomografia do material ensaiado 1 vez	Ensaizada1	E1
	Tomografia do material ensaiado 2 vezes	Ensaizada2	E2

Esta metodologia de caracterização tridimensional baseada na técnica μ CT foi desenvolvida para a visualização da evolução dos defeitos gerados no material com a aplicação de tensão/deformação nos CPs.

3.4.2

Etapas de processamento

A seguir serão descritos, de forma sucinta, as etapas de otimização correspondentes ao PADI das imagens: em primeiro lugar se fez a segmentação da região sólida que vai incluir a matriz e as fibras do material compósito, na parte externa ao objeto; logo se faz o preenchimento dessa região sólida mais os vazios e por último a subtração para obter só os vazios.

Para isto, a amostra foi trabalhada com um recorte das camadas ou Cropping para o CP2 de 140 -800 e para 90 - 910, para o CP1, para entre outras coisas facilitar o processamento da mesma. Os demais valores referentes a um recorte nas dimensões dos planos x e y, foram mantidos constantes (figura 3.11).

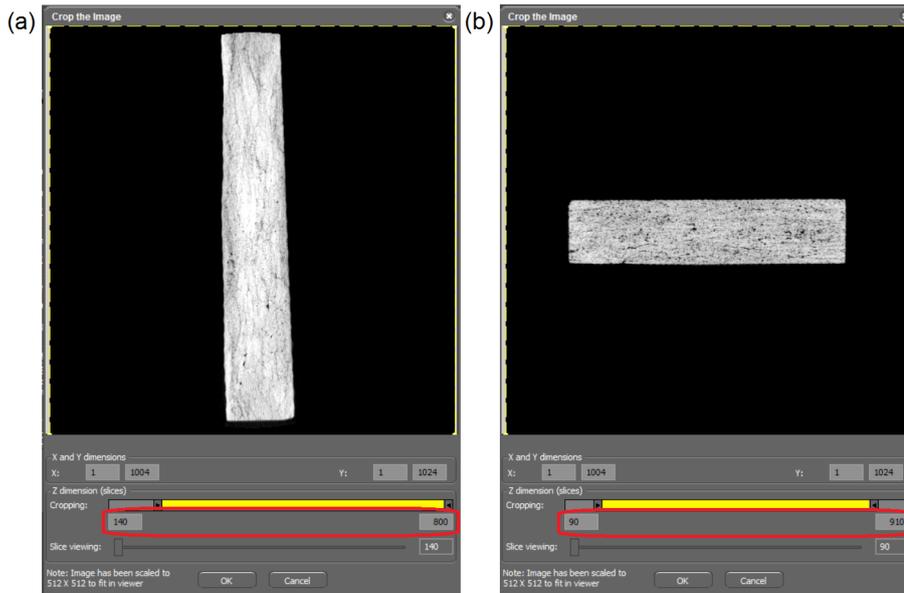


Figura 3.11: Dimensões do Cropping (Máximo e Mínimo) para: (a) CP1 e (b) CP2.

Na primeira etapa foi realizada a segmentação da região sólida. Como se descreveu inicialmente a segmentação de imagens é o processo de particionamento de uma imagem em vários segmentos ou conjuntos de pixels que compartilham certas características (32). Uma vez que a segmentação foi concluída, é criada uma região denominada de interesse ou ROI. A escolha desta região se faz tendo em conta a região tonal do histograma, a partir do valor de corte. O histograma define o ROI, o objeto e o fundo, os pixels são os marcados com aquelas intensidades e estão dentro de uma faixa tonal fixa que é escolhida manualmente e as medições de análise e construção do modelo são realizados apenas em partes da imagem dentro do ROI (32). Esta região envolvia a matriz do corpo de prova, e em seguida, uma cor livremente selecionada pelo software a classifica. Os parâmetros de intensidade mínima e máxima foram selecionados manualmente e são mostrados na figura 3.12.

Foi mantida a mesma faixa tonal para as tomografias I1, I2, Ret,E1 da etapa 1 e para a E2 da etapa 2, para, dessa maneira, padronizar a quantificação para cada corpo de prova.

Após da criação de uma região de interesse com uma série de dados, correspondente à parte sólida dos corpos de prova, na qual não foram incluídas algumas áreas internas, que correspondem agora aos vazios e defeitos no material, utiliza-se então, as funções de preenchimento destes buracos (Fill Holes), de tal maneira de preencher seja em 3D o 2D as partes internas da região de interesse selecionada; nas 3 direções (x, y e z), obtendo como resultado

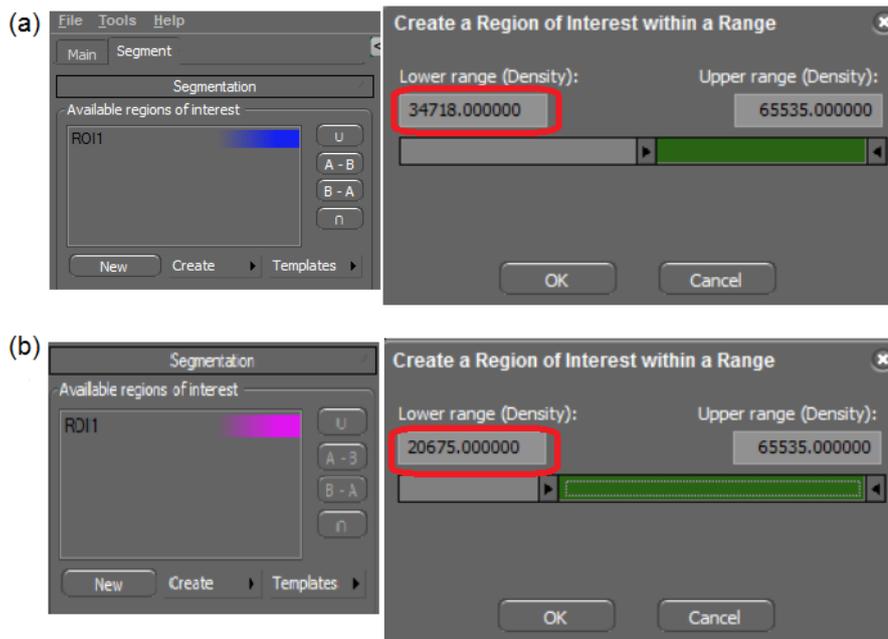


Figura 3.12: Dimensões do ROI (Máximo e Mínimo) para: (a) CP1 e (b) CP2.

o volume completo da amostra.

Finalmente, realizou-se a subtração entre o ROI preenchido e a imagem segmentada originalmente, e desta maneira obter as regiões de vazios ou outros defeitos nos CPs. Não teria sido possível segmentar diretamente estas regiões porque sua tonalidade é muito similar à tonalidade da parte externa do CP (fundo).

3.4.3

Alinhamento das imagens

O alinhamento foi feito tanto na etapa 1 como na etapa 2, através do software Data Viwer. Este software trabalha com um algoritmo de registro para imagens em 2D e 3D. Em nosso caso se trabalhou no registro 3D (33). Para o registro, são necessários dois conjuntos de dados: um volume de imagem inicial (Referência) e um volume de imagem de destino (alvo). Durante o registro, a imagem do alvo é transformada para o sistema de coordenadas da imagem de referência, que permanece estacionária.

A caixa de opções da figura 3.13 apresenta uma opção que permite visualizar uma estratégia de registro em 2D ou 3D, se pode alternar entre o método pseudo-3D e o método verdadeiro 3D. Em geral, o método de pseudo-3D é muito flexível, é muito mais rápido e o resultado é bastante bom. O método verdadeiro 3D faz refinar o registro a um certo grau através da redução da diferença. No entanto, esta diferença é pouco visível na maioria dos casos.

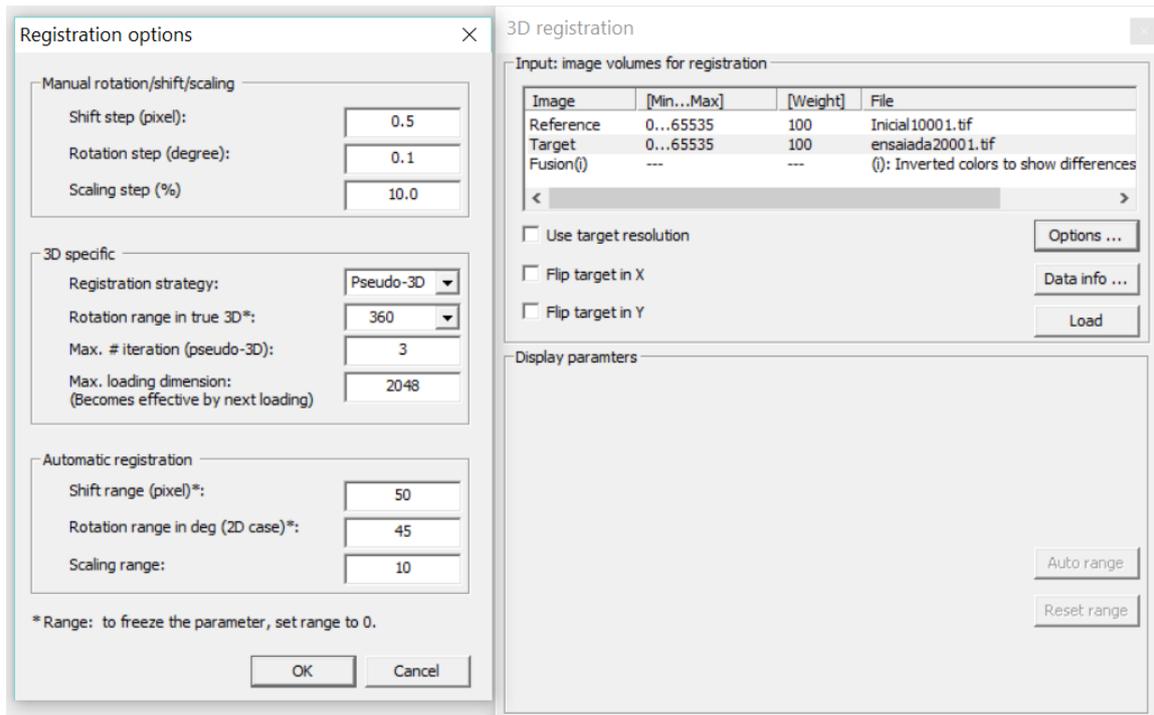


Figura 3.13: Opções para o registro 3D.

No caso do método de pseudo-3D, apenas as 3 vistas ortogonais são extraídas e mantidas. No caso da verdadeira 3D, todo o volume tem de ser extraído (figura 3.16) (33).

Quando é escolhida a opção de registro e os volumes de imagens de referência e de destino são carregados com êxito é mostrada na tela a imagem da figura 3.16. Uma vez carregada, a imagem de destino ou alvo e de referência podem ser exibidas individualmente ou como uma imagem em fusão. No modo de fusão, um controle deslizante é fornecido para variar os pesos (mistura). As imagens são mostradas na janela principal como 3 visualizações ortogonais: a vista x-y (transaxial) na parte inferior esquerda, a vista x-z (coronal) na parte superior e a vista z-y (corte sagital) à direita (figura 3.14). Para examinar visualmente a qualidade do registro, pode-se alternar entre imagens de destino e de referência, ou visualizar as imagens de fusão com várias configurações. A imagem de destino pode ser deslocada e girada manualmente clicando nas setas (figura 3.14) o utilizando as teclas de seta do teclado, em qualquer um das 3 vistas a mudar e girar para qualquer posição e orientação.

As figuras 3.15 e 3.16 apresentam uma comparação das imagens capturadas antes do registro e após registradas, respectivamente. Pode-se notar na figura 3.15 o grau de desalinhamento entre as imagens I1 no fundo mais claro e a E2 corresponde ao cinza mais escuro. Uma vez que as imagens são registradas, uma função permite salvar as imagens transformadas (33).

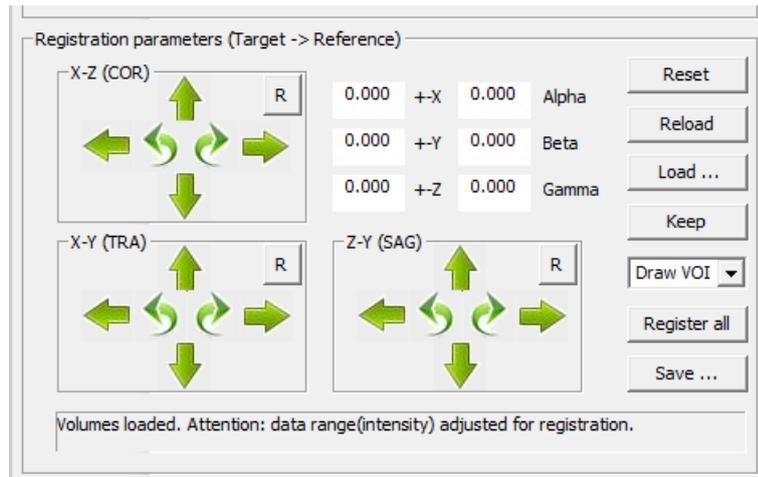


Figura 3.14: Visualizações ortogonais para o registro 3D.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1421654/CA

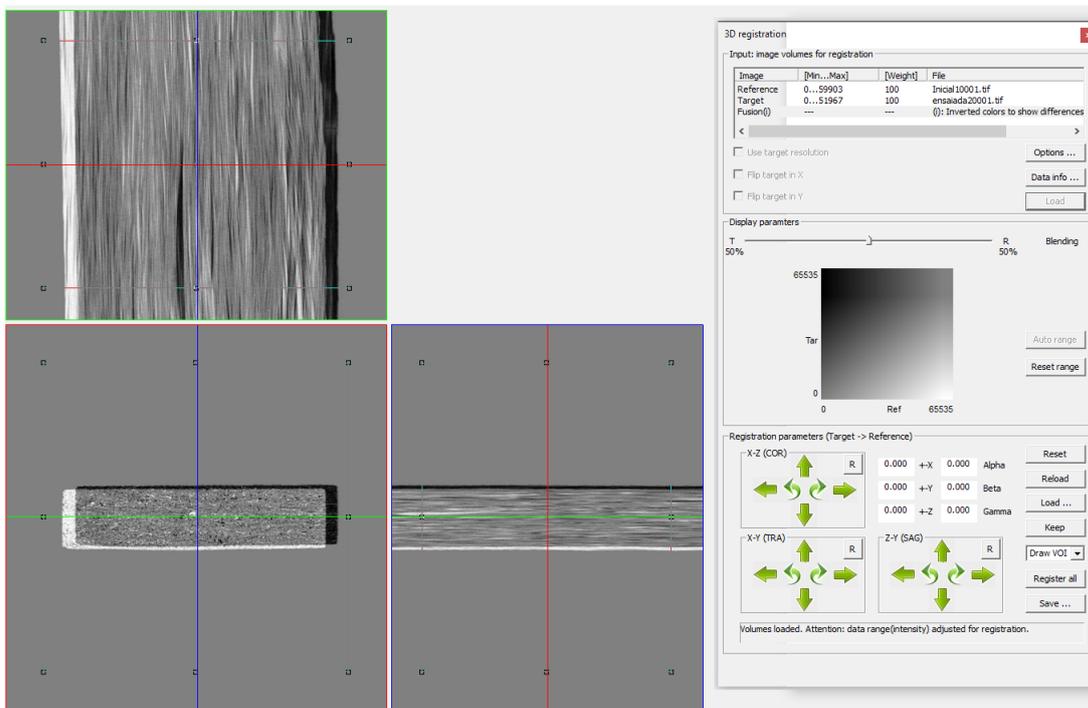


Figura 3.15: Visualização das imagens I1 e E2 antes do Pseudo registro 3D.

O registro também pode ser feito automaticamente usando os botões R e registrar tudo depois. Foi feito um registro manual antes para que os 2 conjuntos de imagens já estivessem suficientemente próximos, antes de usar a função automática. Quando a imagem alvo / referência é mostrada individualmente, pode-se alterar as opções de cor e a faixa dinâmica usando o histograma mostrado. O procedimento de alinhamento e registro foi repetido duas vezes para refinar os resultados do registro (33).

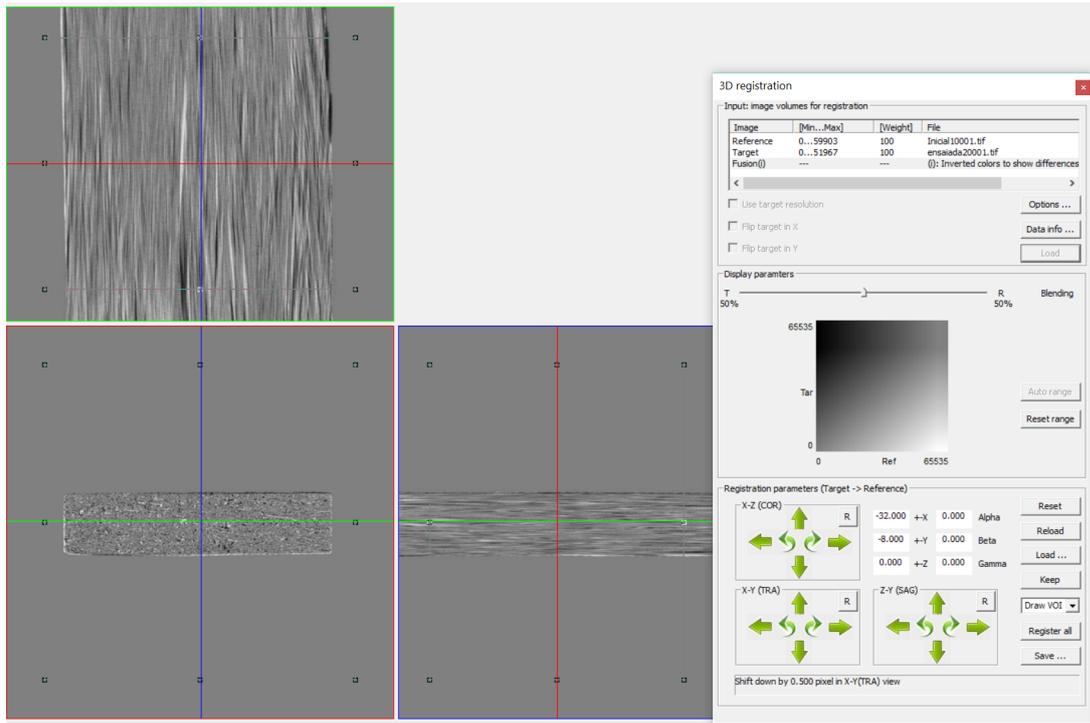


Figura 3.16: Resultado do registro das imagens I1 e E2 com a opção Pseudo-3D.

3.4.4 Extração de características

Esta etapa tem como objetivo obter informação quantitativa dos objetos, obtidos como resultado da subtração das segmentações da imagem, e, assim, gerar dados que representam seus atributos. As medidas obtidas foram:

- ▷ Volume da matriz: v_m
- ▷ Volume resultado do preenchimento (matriz + poros e fibras): V_p
- ▷ Volume de defeitos resultado da subtração: $v_D \longrightarrow v_D = V_p - v_m$
- ▷ Fração volumétrica de defeitos: $V_D \longrightarrow V_D = \frac{v_D}{V_p}$

Das imagens finais foram obtidos estes valores de volume, depois foram alinhadas as imagens em relação com a I1 (usada como referencia) e obteve-se novamente estes volumes.

4

Resultados e discussão

Neste capítulo será apresentada a aplicação da metodologia apresentadas no capítulo anterior aos Corpos de Provas CP1 e CP2 do material compósito. Descreve-se inicialmente a análise mecânica destes CPs por meio do ensaio de flexão em três pontos. Em seguida são analisadas as tomografias antes e após a aplicação deste ensaio mecânico correspondentes as duas etapas: teste de sensibilidade e a caracterização do material.

4.1

Resultados e análise do ensaio de flexão

Na figura 4.1, são apresentados os corpos de prova os quais sofreram o ensaio de flexão e foram tomografados antes e após este ensaio. Foi necessário fazer uma marcação superficial para localizar a amostra o mais próximo possível de sua posição original dentro do tomógrafo, antes do ensaio mecânico.

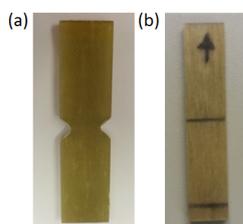


Figura 4.1: Corpos de Prova para o ensaio de flexão, (a) CP1 (b) CP2.

Para a análise mecânica foram realizados ensaios de flexão nos CPs como mencionado acima, com a finalidade de observar e quantificar as mudanças, decorrentes do ensaio mecânico, ocorridas no material. Foram obtidos os valores da força e o tempo, usados para calcular a tensão e a deformação, relativa aos ensaios realizados. No caso do Ensaio1 o material não foi levado à ruptura. Este estudo foi realizado para descobrir se os CPs apresentariam variações visíveis pela μ CT na estrutura interna do material. Como estas variações não foram identificadas, as imagens tomográficas correspondentes não foram analisadas quantitativamente. Já no caso do Ensaio2, o material foi levado até a ruptura. Na figura 4.2 são mostrados os gráficos resultantes das curvas tensão-deformação para cada ensaio realizado.

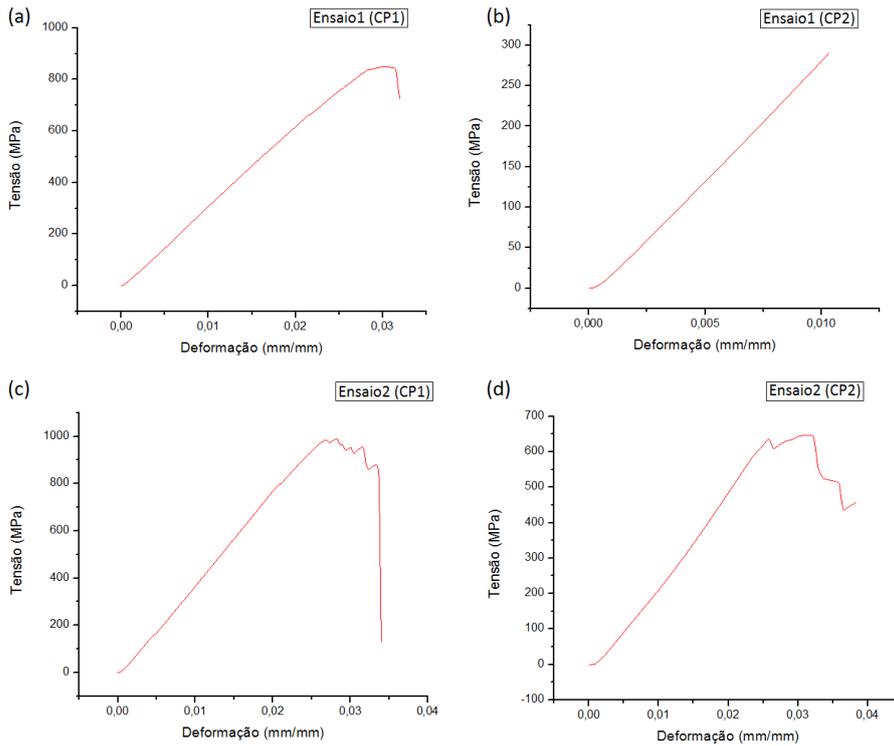


Figura 4.2: Gráfico tensão vs deformação para cada corpo de prova: Ensaio1 (a) CP1 e (b) CP2 e Ensaio2 (c) CP1 e (d) CP2.

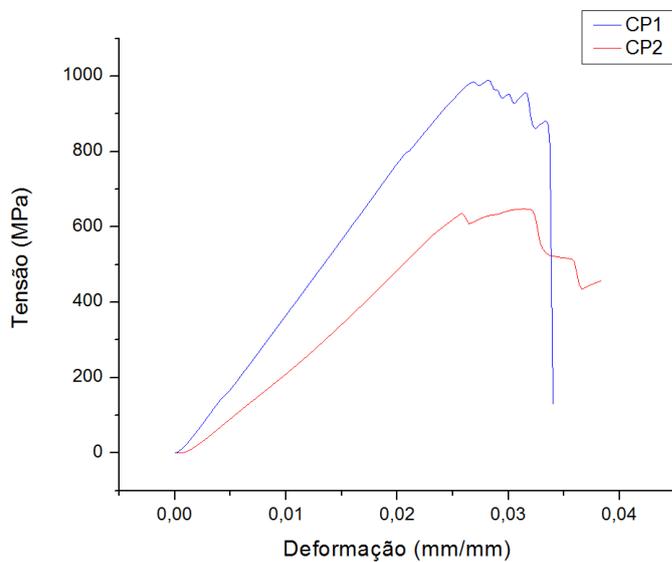


Figura 4.3: Comparação das curvas de tensão-deformação resultado do ensaio de flexão para CP1 e CP2.

Comparando as curvas para o Ensaio2 dos dois corpos de prova, nota-se que o CP1 apresenta um limite de resistência à flexão maior que CP2 (figura 4.3). CP2 rompeu em tensão menor do que CP1, o que pode ser explicado pela presença do entalhe, que contribui para a concentração de tensão.

4.2

Processamento e análise das imagens

Nas figuras 4.4 e 4.5 são apresentadas as imagens 3D e em planos ortogonais de CP1 e CP2, respectivamente, geradas pelo software ORS.

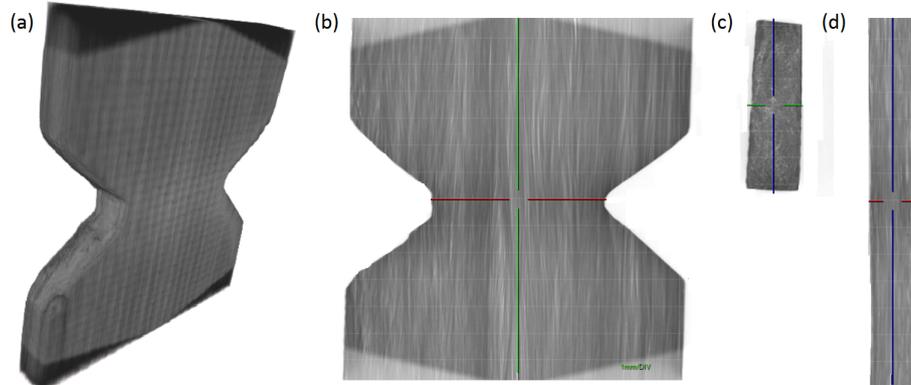


Figura 4.4: Visualização tridimensional no software ORS do CP1 (a) Imagem 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

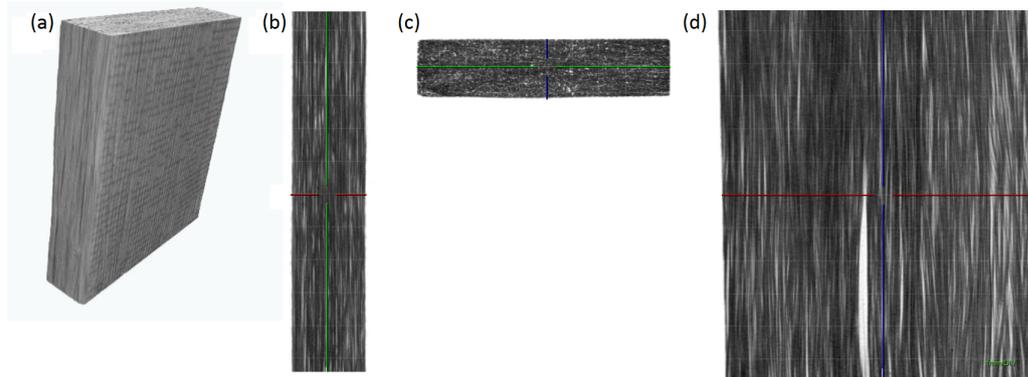


Figura 4.5: Visualização tridimensional no software ORS do CP2 (a) Imagem 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

Apresentam-se as imagens dos CPs antes da aplicação do ensaio mecânico. Neste contexto serão mostradas só as imagens Inicial1 (I1) e ensaiada2 (E2). As imagens I2, Ret e E1, foram utilizadas para teste de sensibilidade, e garantiu-se que ao retirar a amostra do equipamento não existia uma modificação significativa nos resultados finais. A partir do processamento das imagens 3D foram feitas as quantificações dos valores referentes a: volume da matriz, do preenchimento que corresponde, ao volume total ocupado pela matriz e suas respectivas redes de vazios, fibras e defeitos no material e o volume de defeitos.

4.2.1

Corpo de prova 1

As figuras 4.6, 4.8 e 4.10 mostram o ROI correspondente à matriz, à matriz e os vazios (fibras e defeitos) preenchidos e o resultado da subtração (defeitos), respectivamente, para a imagem Inicial1 (I1) obtida na tomografia do CP2, vista nos diferentes planos. Nas Figuras 4.7, 4.9 e 4.11 mostram as imagens 3D da matriz, do preenchimento dos vazios da matriz e dos defeitos respectivamente. As figuras 4.12 a 4.17 apresentam a mesma sequência para a amostra E2.

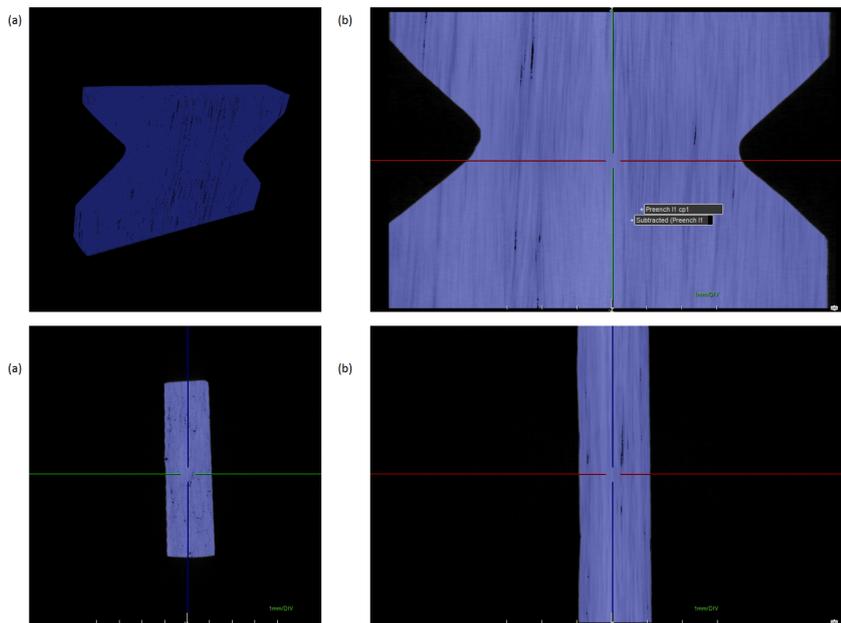


Figura 4.6: Visualização da matriz da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

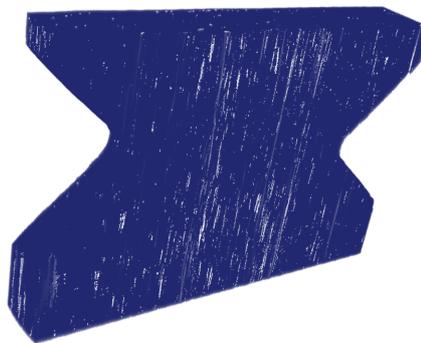


Figura 4.7: Resultado 3D da matriz da I1 do CP1.

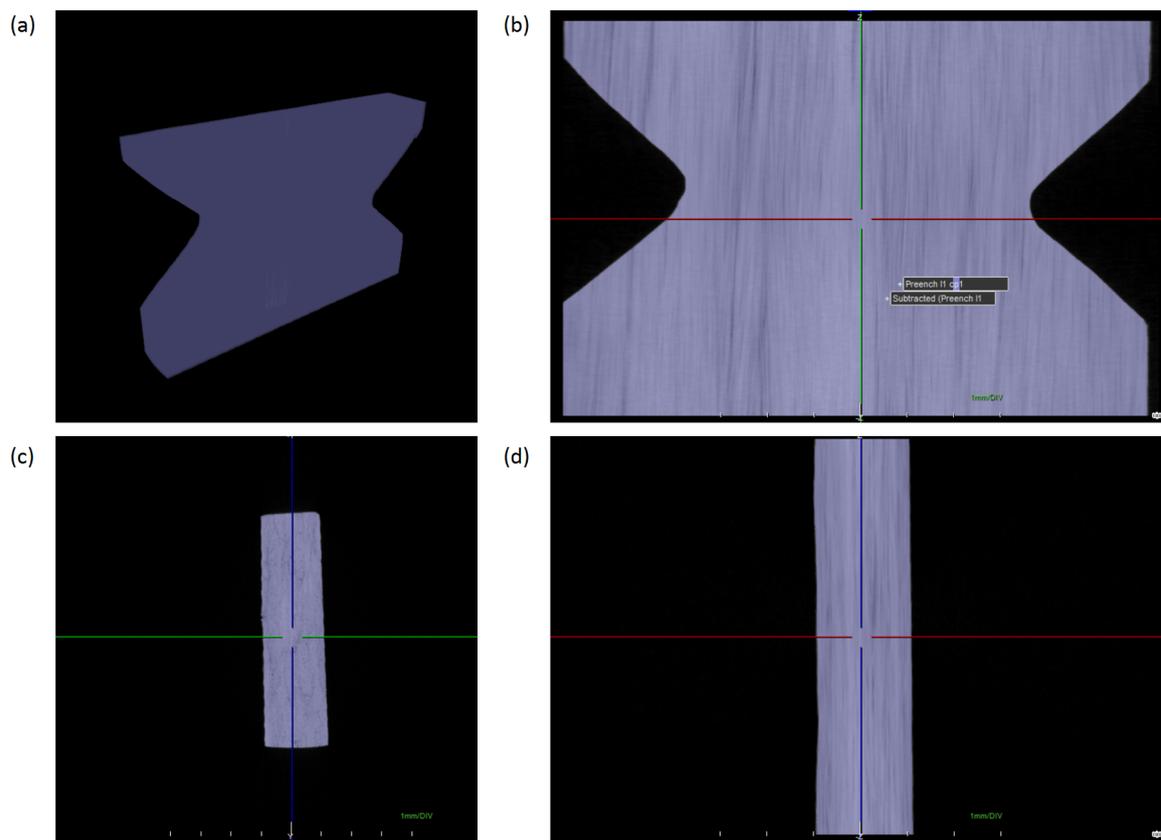


Figura 4.8: Visualização do preenchimento da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

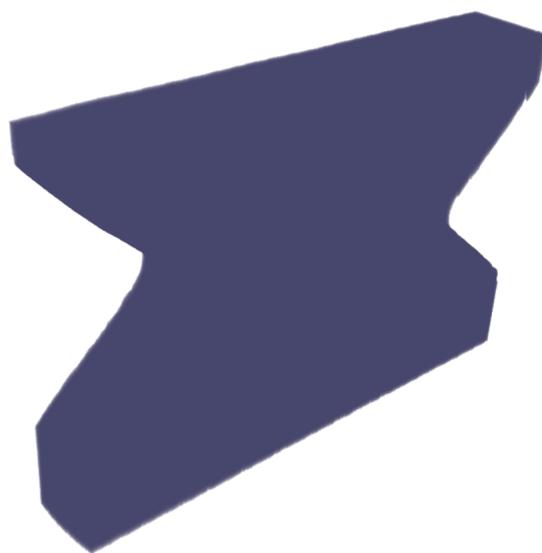


Figura 4.9: Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP1.

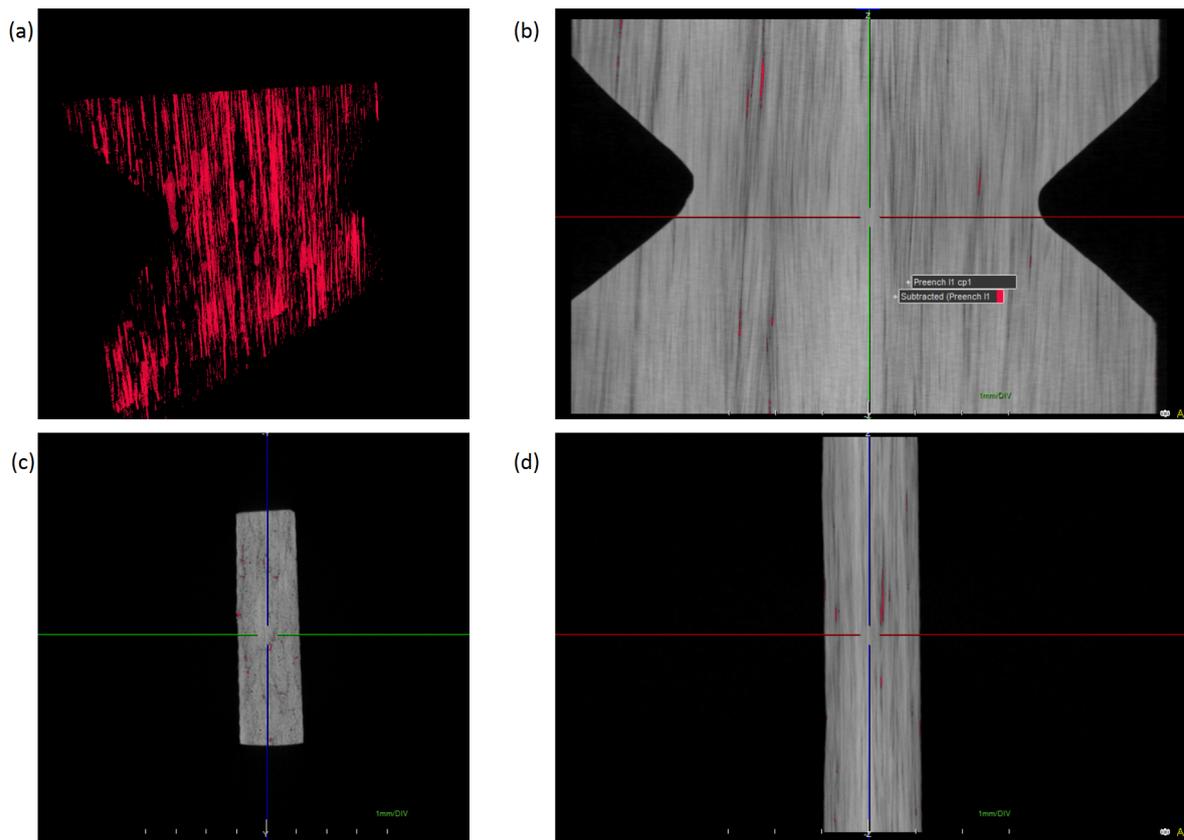


Figura 4.10: Visualização dos defeito da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

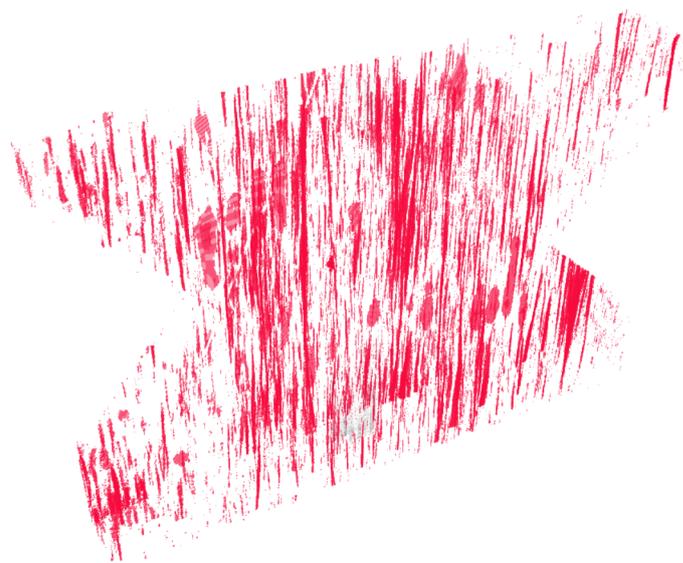


Figura 4.11: Imagem 3D dos defeitos da I1.

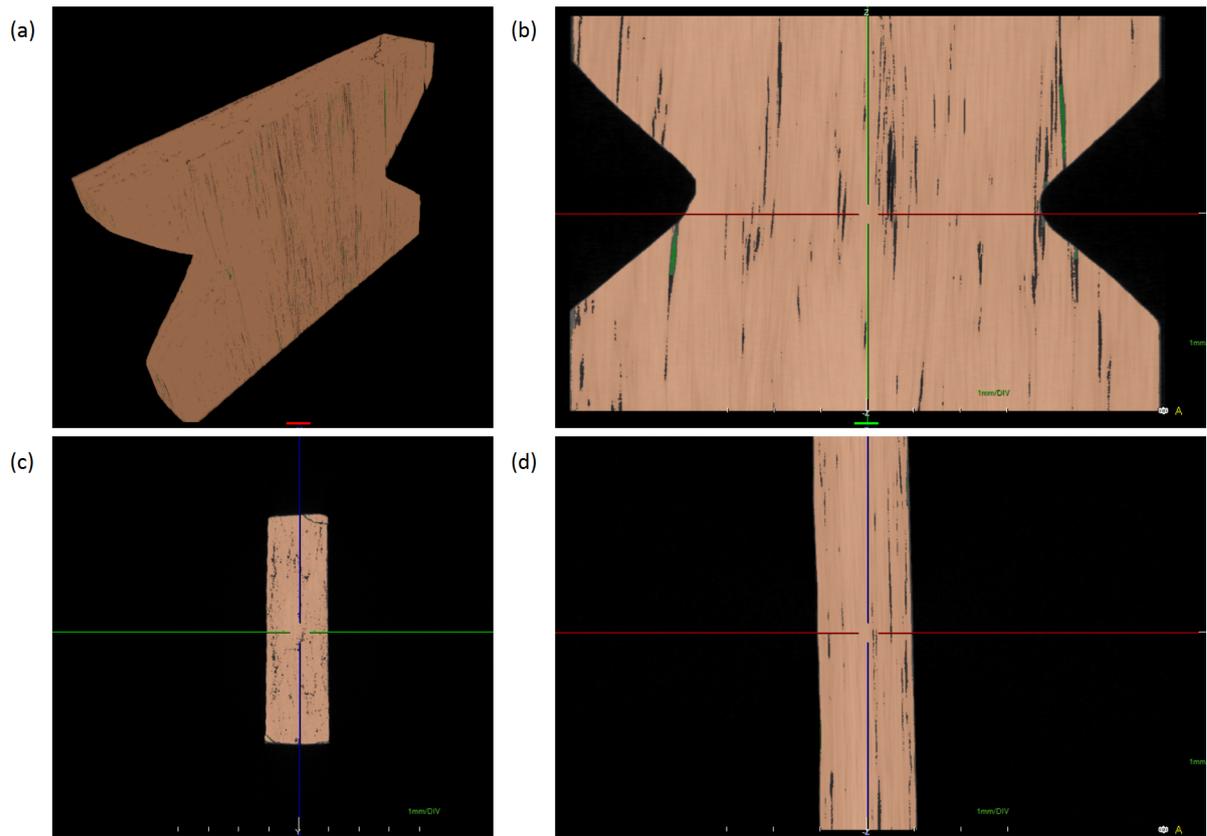


Figura 4.12: Visualização da matriz da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

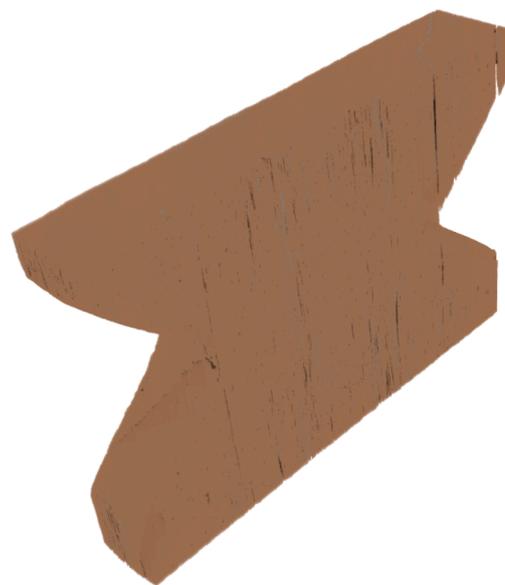


Figura 4.13: Imagem 3D da matriz da E2.

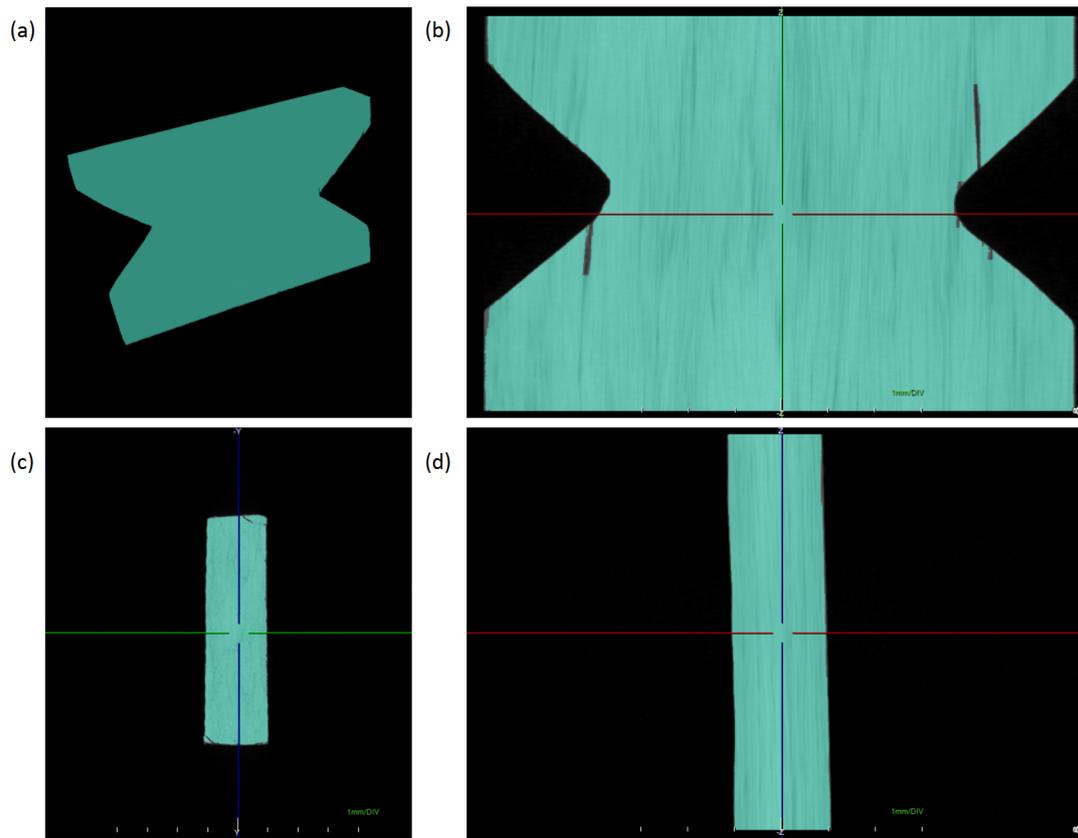


Figura 4.14: Visualização do preenchimento da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1421654/CA

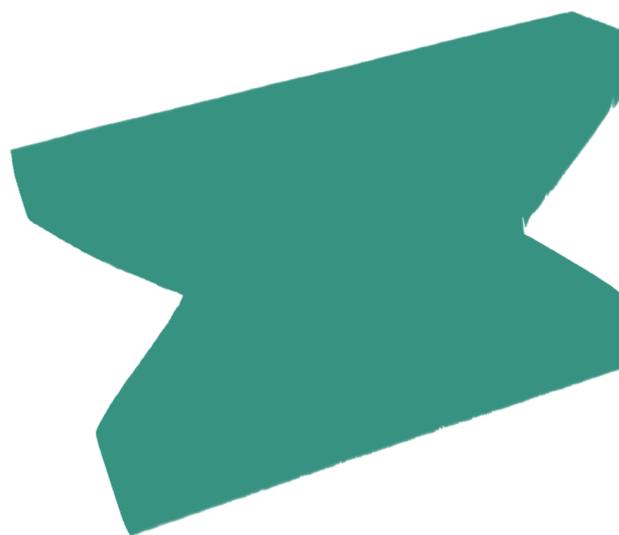


Figura 4.15: Imagem 3D do preenchimento da E2.

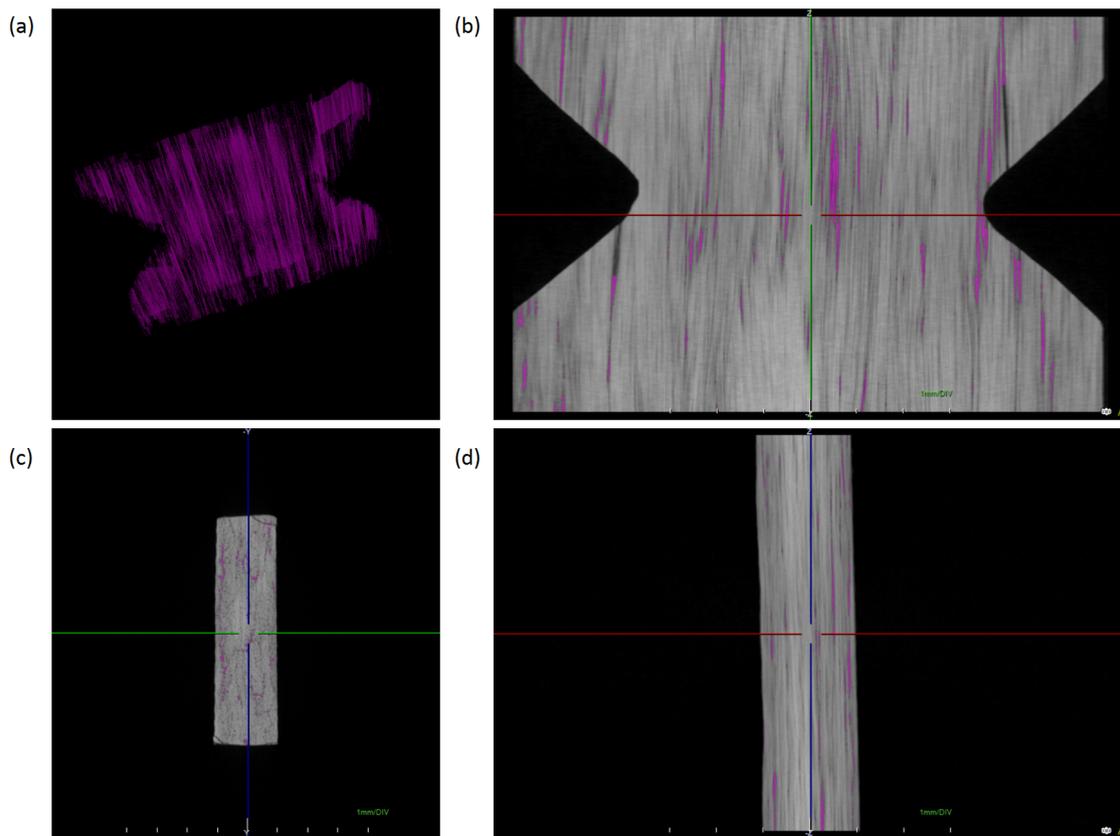


Figura 4.16: Visualização dos defeito da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.



Figura 4.17: Imagem 3D dos defeitos da E2.

4.2.2

Corpo de prova 2

No caso do CP2 as figuras 4.18, 4.20 e 4.22 representam o ROI da matriz, do preenchimento e da subtração para fazer as mesmas correções mencionadas no subitem anterior equivalentes ao CP1, vista nos diferentes planos. As figuras 4.19, 4.21 e 4.23 apresentam a visualização 3D da matriz, do preenchimento e dos defeitos respectivamente. E as figuras 4.24 até 4.29, mostram esta mesma sequência de análise para a imagem E2.

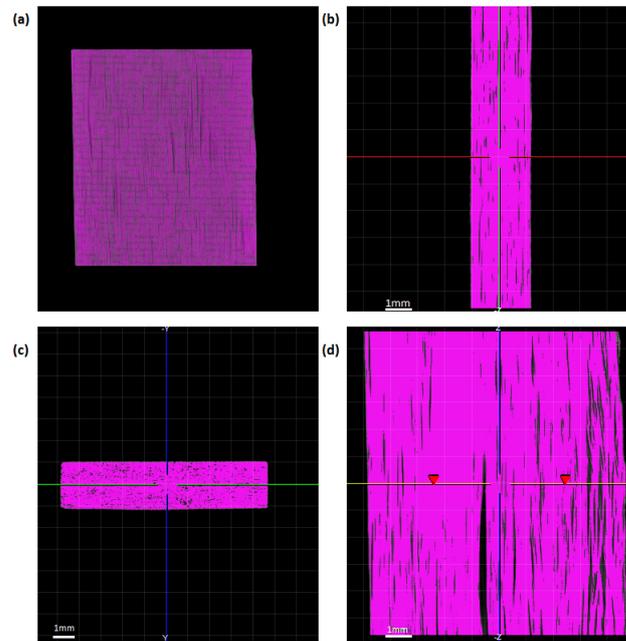


Figura 4.18: Visualização da matriz da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

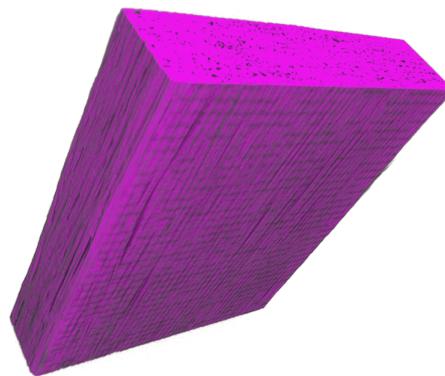


Figura 4.19: Resultado 3D da matriz da I1.

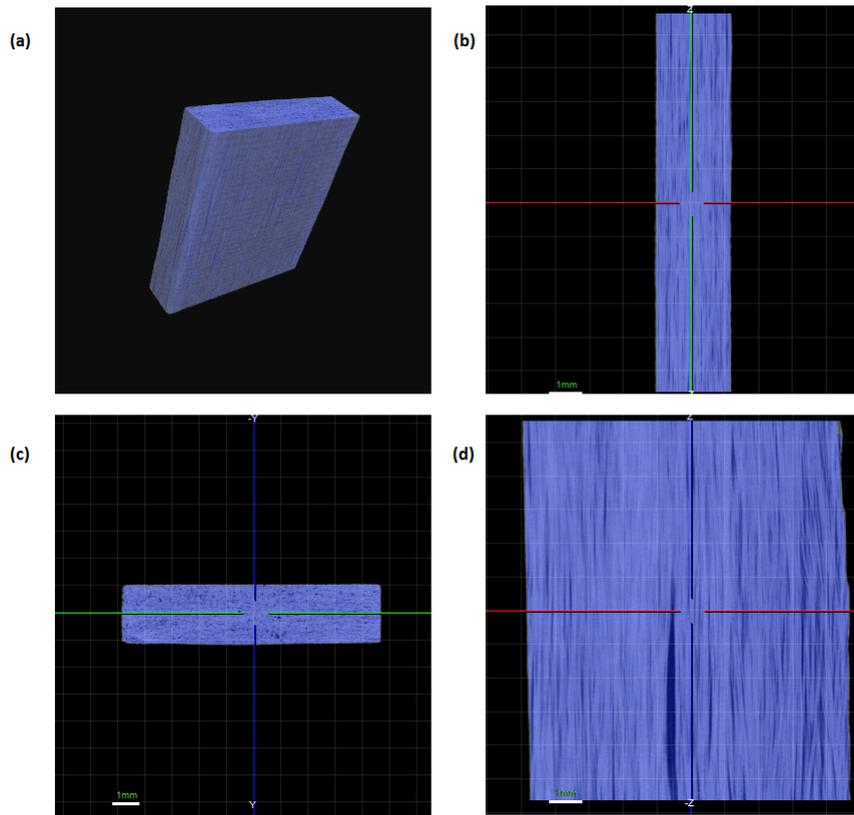


Figura 4.20: Visualização do preenchimento da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

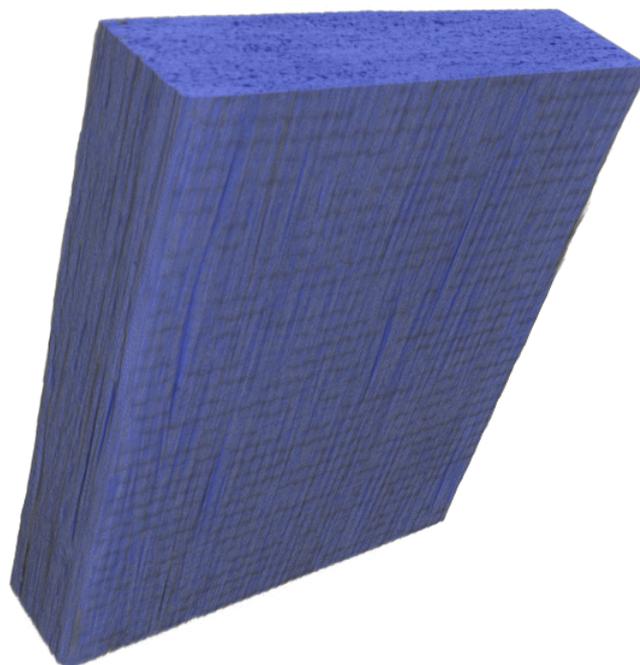


Figura 4.21: Imagem 3D do preenchimento da I1.

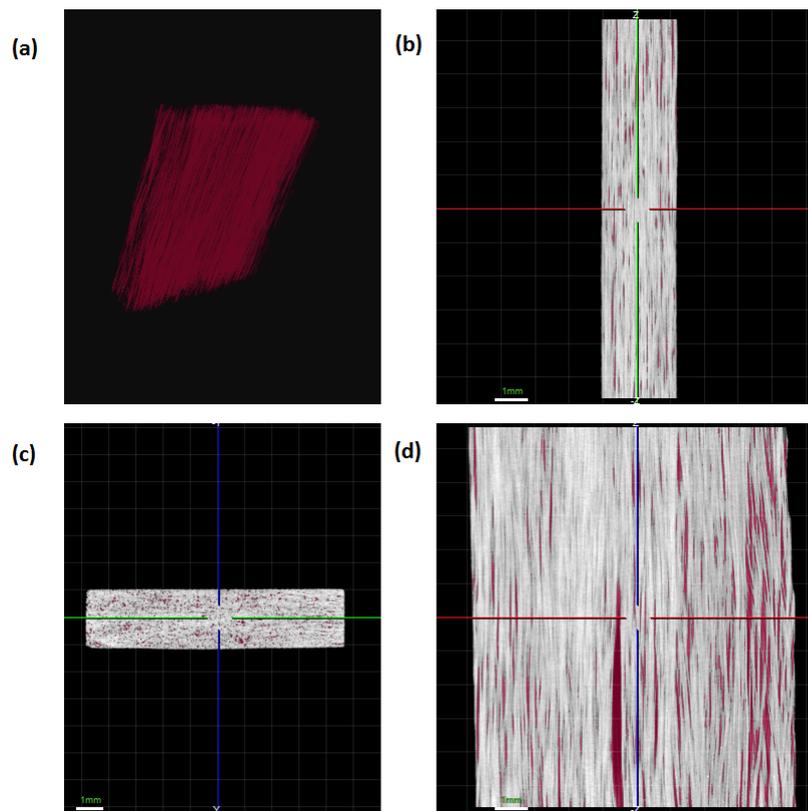


Figura 4.22: Visualização dos defeito da I1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

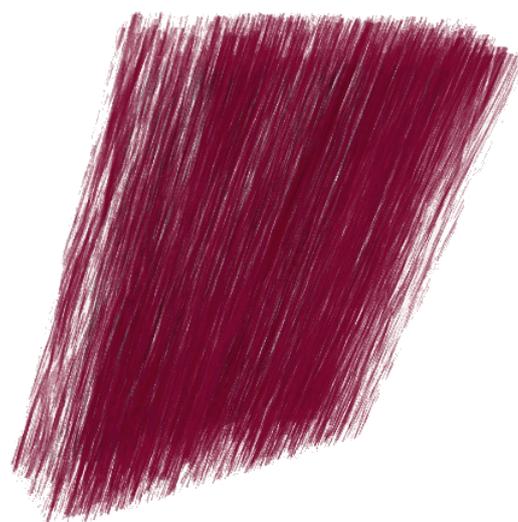


Figura 4.23: Imagem 3D dos defeitos da I1.

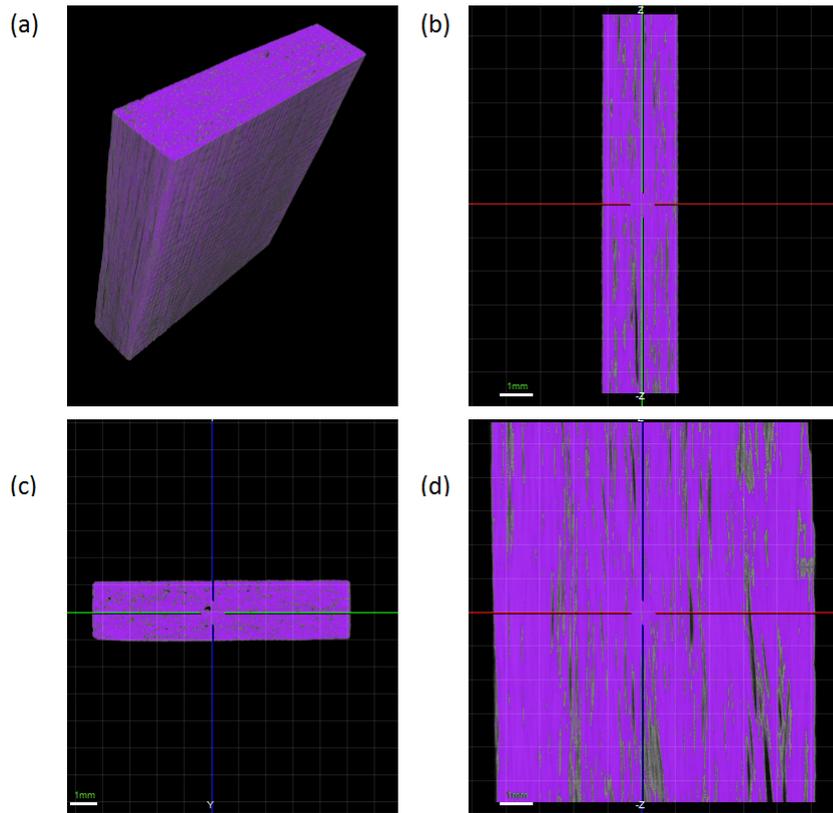


Figura 4.24: Visualização da matriz da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

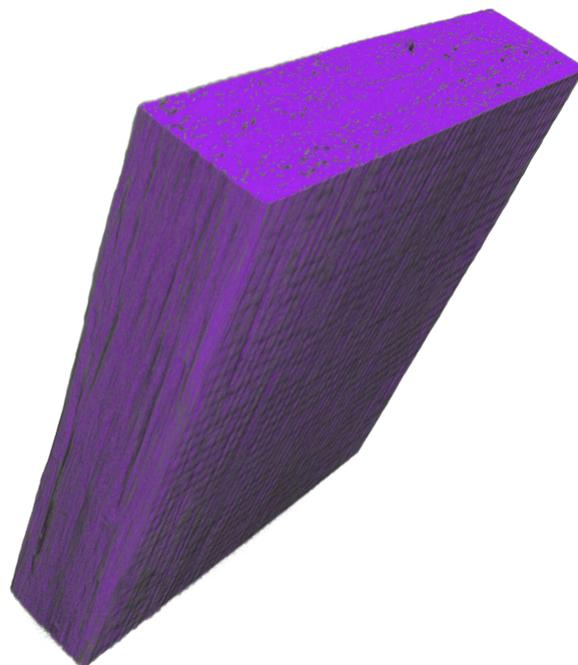


Figura 4.25: Imagem 3D da matriz da E2.

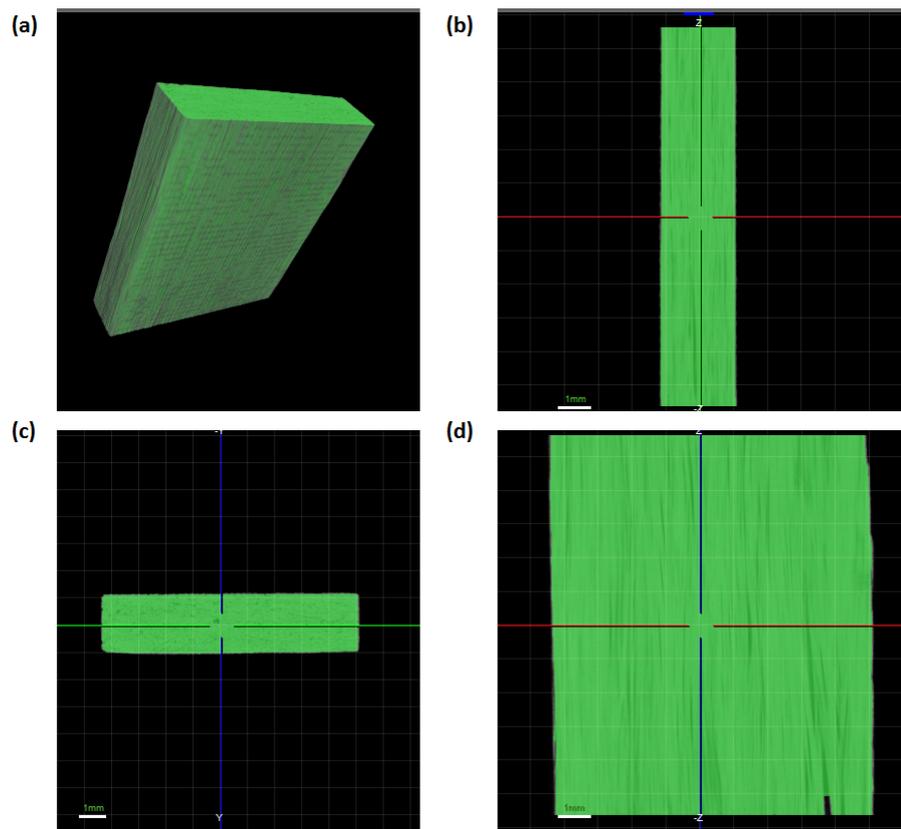


Figura 4.26: Visualização do preenchimento da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

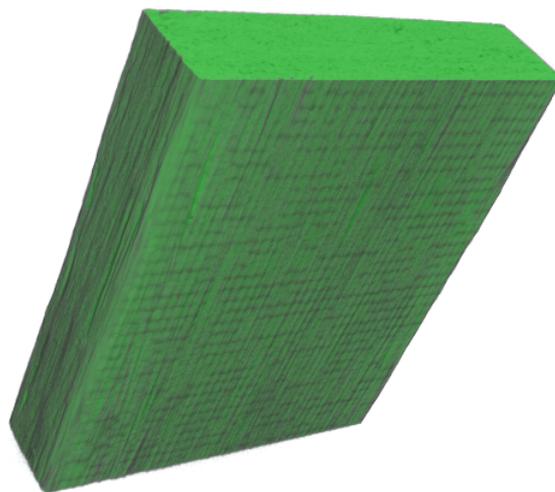


Figura 4.27: Imagem 3D do preenchimento da E2.

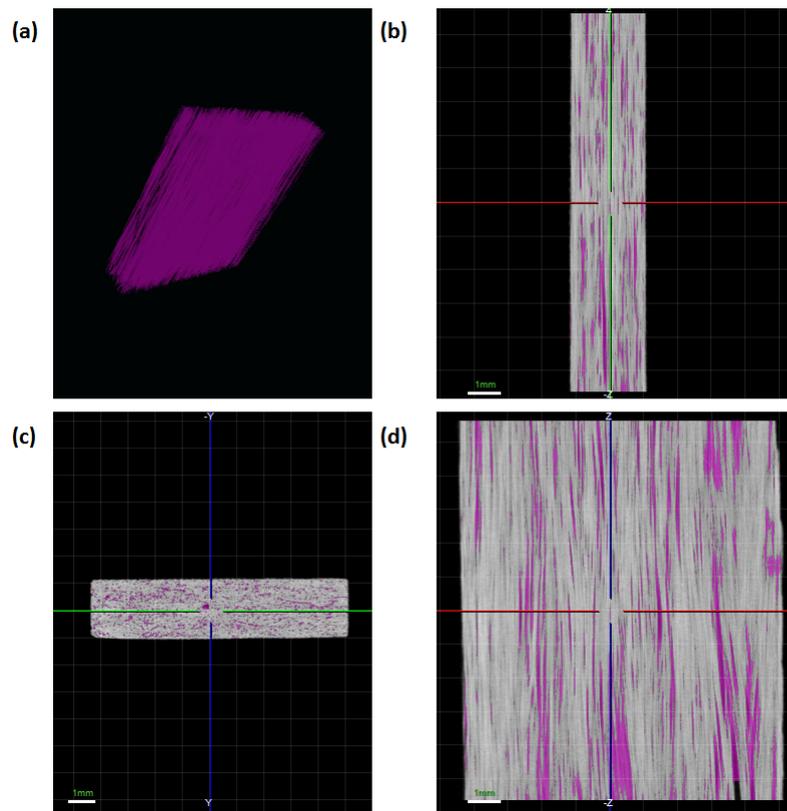


Figura 4.28: Visualização dos defeito da E2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz.

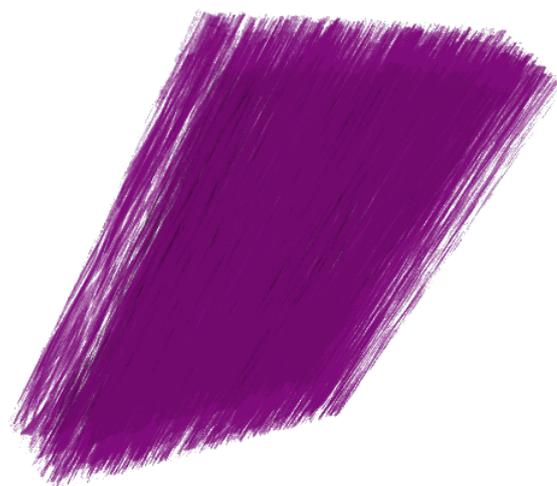


Figura 4.29: Imagem 3D dos defeitos da E2.

4.3

Quantificação de defeitos

A seguir são apresentados os resultados das medidas realizadas sem alinhamento. Os valores dos volumes calculados (v_m , V_p , v_D e V_D), são definidos na seção 3.3.3 e foram obtidos através do software ORS.

4.3.1

Para o CP2

Na tabela 4.1 são apresentados os resultados do teste de sensibilidade no CP2 para as imagens I1, I2, Ret e E1, junto com a imagem E2.

Tabela 4.1: Resultados para o CP2

Etapa Tomográfica	v_m (μm^3)	V_p (μm^3)	v_D (μm^3)	V_D (%)
I1	2,130x10 ¹¹	2,310x10 ¹¹	0,180x10 ¹¹	7,8
I2	2,128x10 ¹¹	2,310x10 ¹¹	0,181x10 ¹¹	7,8
Ret	2,126x10 ¹¹	2,310x10 ¹¹	0,183x10 ¹¹	7,9
E1	2,127x10 ¹¹	2,310x10 ¹¹	0,192x10 ¹¹	8,3
E2	1,980x10 ¹¹	2,310x10 ¹¹	0,320x10 ¹¹	14,0

Pode-se observar nestes resultados que I1, I2 e Ret apresentam valores muito próximos, indicando os erros causados pelo próprio processo de aquisição das imagens da ordem de 0,1% na fração de defeitos. No caso da E1 nota-se um pequeno aumento de V_D da ordem de 0,5% e, finalmente, para E2 ocorreu um grande aumento de 6,2%, como era de se esperar. Assim, pode-se afirmar que esta metodologia tem boa confiabilidade nas medidas.

4.3.2

Para o CP1

A tabela 4.2 mostra as medidas realizadas para o CP1.

Tabela 4.2: Resultados para o CP1

Etapa Tomográfica	v_m (μm^3)	V_p (μm^3)	v_D (μm^3)	V_D (%)
I1	1,84x10 ¹¹	1,85x10 ¹¹	0,018x10 ¹¹	1
E2	1,78x10 ¹¹	1,84x10 ¹¹	0,055x10 ¹¹	3

Estes resultados indicaram um crescimento do volume de defeitos após a falha do material. É razoável supor que os erros são pequenos, já que o teste de sensibilidade do CP2 mostrou que as medidas são confiáveis.

A figura 4.30 mostra a visualização 3D de uma região comum nas tomografias I1 e E2 para o CP1 que permite identificar visualmente a formação e o crescimento de alguns defeitos.

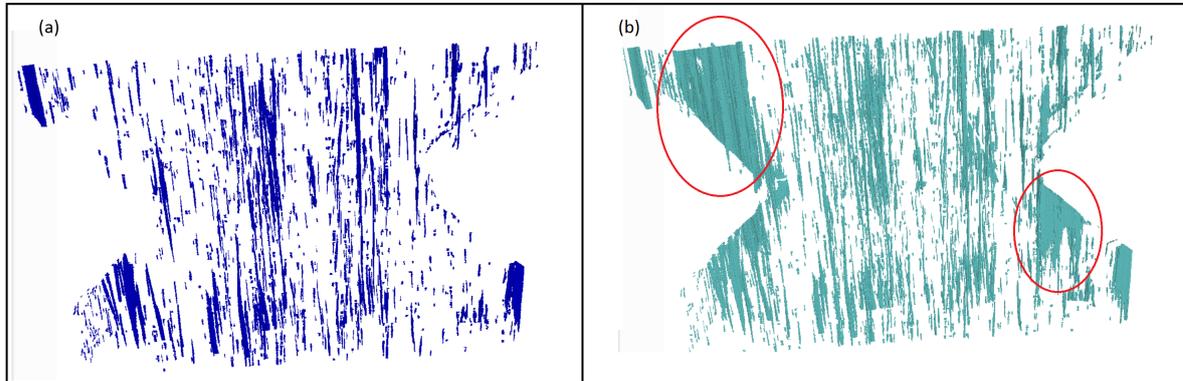


Figura 4.30: Imagem 3D dos defeitos e trincas na: (a) I1 e (b) E2 do CP1. O círculo vermelho indica a aparição dos defeitos mais representativos.

A figura 4.31 mostra o diagrama de barras dos volumes para os corpos de prova CP1 e CP2, onde é possível identificar o aumento dos defeitos para as amostras ensaiadas duas vezes com relação à I1.

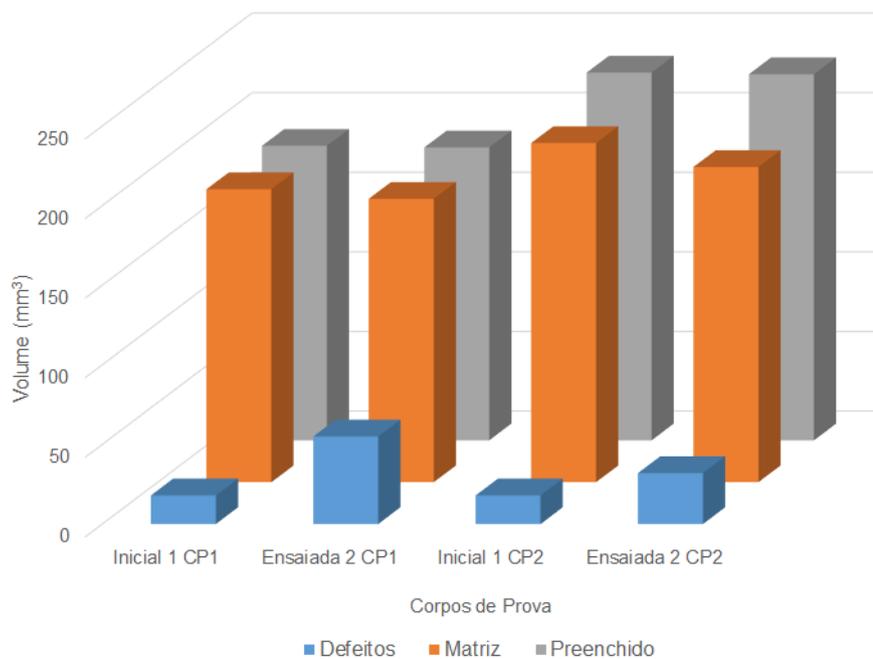


Figura 4.31: Diagrama de barras dos volumes para os corpos de prova CP1 e CP2.

4.3.3

Resultados para CP1 e CP2 após o alinhamento

Nas tabelas 4.3 e 4.4 são apresentados os resultados das medidas realizadas, para os corpos de prova 1 e 2 respectivamente.

Tabela 4.3: Resultados para o CP1 das imagens alinhadas

Etapa Tomográfica	v_m (μm^3)	V_p (μm^3)	v_D (μm^3)	V_D (%)
I1	$1,68 \times 10^{11}$	$1,69 \times 10^{11}$	$0,010 \times 10^{11}$	1
E2	$1,63 \times 10^{11}$	$1,65 \times 10^{11}$	$0,023 \times 10^{11}$	1,4

Tabela 4.4: Resultados para o CP2 das imagens alinhadas

Etapa Tomográfica	v_m (μm^3)	V_p (μm^3)	v_D (μm^3)	V_D (%)
I1	$2,185 \times 10^{11}$	$2,312 \times 10^{11}$	$0,130 \times 10^{11}$	5,6
E2	$2,110 \times 10^{11}$	$2,310 \times 10^{11}$	$0,20 \times 10^{11}$	8,6

Os resultados de fração volumétrica de defeitos diferem dos resultados sem alinhamento e podem ser associados às seguintes hipóteses:

- I Durante o processo tomográfico a amostra pode se mover, o que poderia acarretar em variações de volume. Embora as condições de aquisição do experimento tenham sido mantidas e o ROI tenha sido obtido usando um mesmo valor de corte para o histograma da imagem, não se pode garantir que os resultados sejam completamente idênticos.
- II Durante o alinhamento no software Dataviewer, modifica-se significativamente o histograma de uma camada, modificando-se de alguma forma o histograma da imagem final (figura 4.32). Desta maneira, quando é aplicado o mesmo limiar utilizado para a etapa de análise sem alinhamento, pode ocorrer redução ou aumento dos volumes medidos.

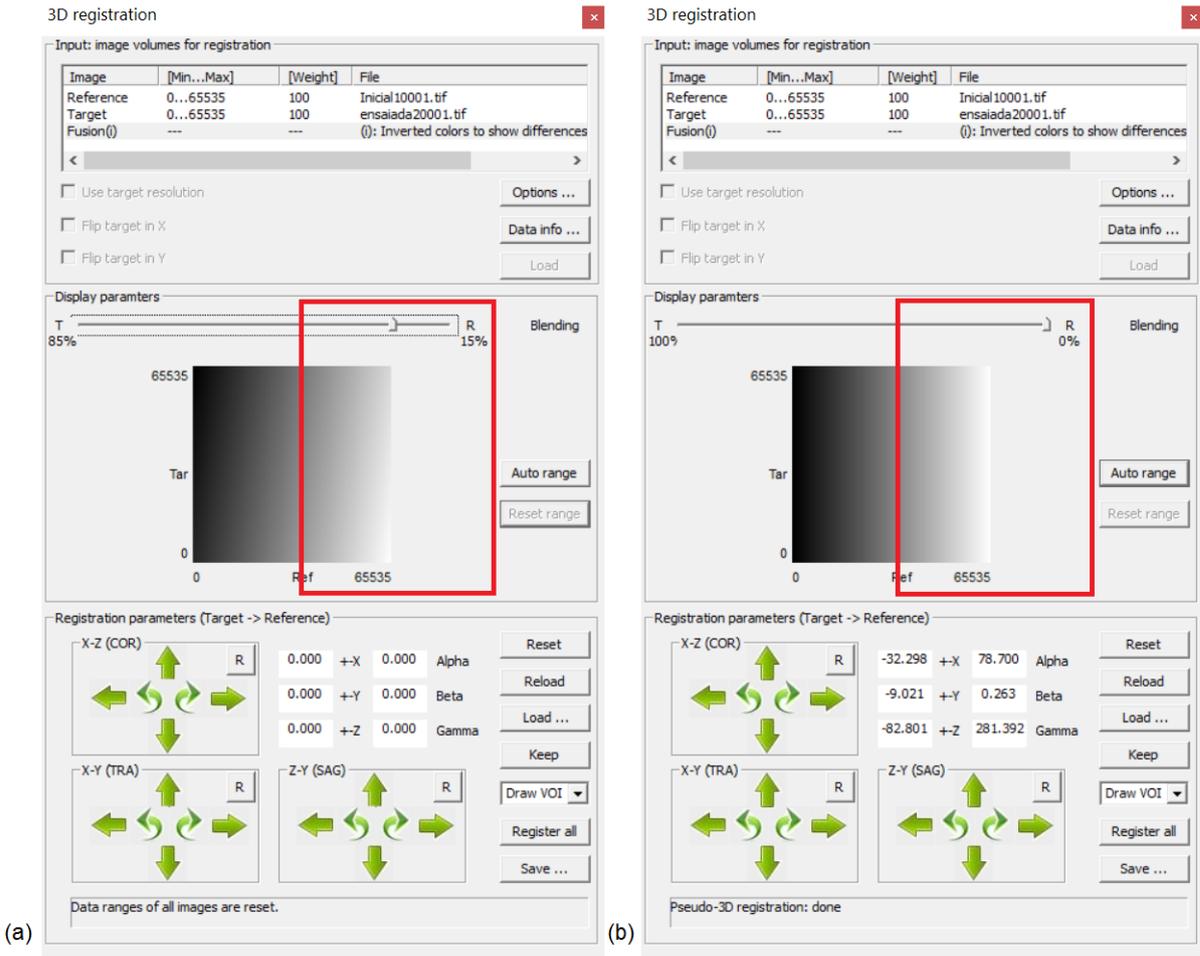


Figura 4.32: Visualização da modificação da look up table das imagens (a) sem registrar e (b) após o registro.

4.4 Observação de defeitos e trincas

A análise visual qualitativa dos defeitos foi realizada nos dois corpos de prova. As delaminações e trincas foram mais visíveis para a CP1 pela presença do entalhe. Na figura 4.33, da imagem I1 do CP1, alguns defeitos mais expressivos são indicados pelos círculos em cor rosa.

Na figura 4.34 apresentam-se os defeitos e trincas da imagem da E2. O círculo rosa identifica os defeitos antes do ensaio e o quadrado vermelho mostra as trincas geradas após o ensaio. Na figura 4.35 mostram-se as imagens 4.33 e 4.34 sobrepostas.

Na figura 4.36 é feita uma comparação das imagens I1 e E2 do CP1. A trinca do canto superior direito não muda após ao ensaio, mas surgem trincas diagonais, provavelmente devido ao corte para o entalhe, que facilitou a concentração de tensão. Entretanto, estas trincas geraram uma falha interla-

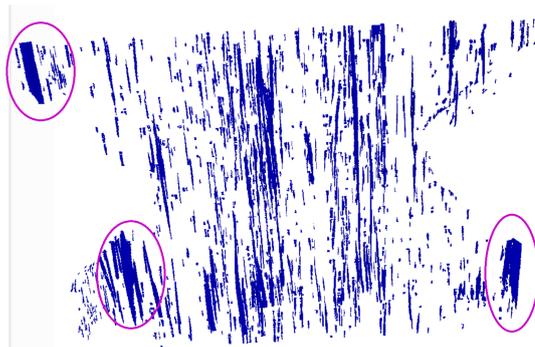


Figura 4.33: Imagem 3D dos defeitos e trincas da I1 identificados com círculo rosa. .

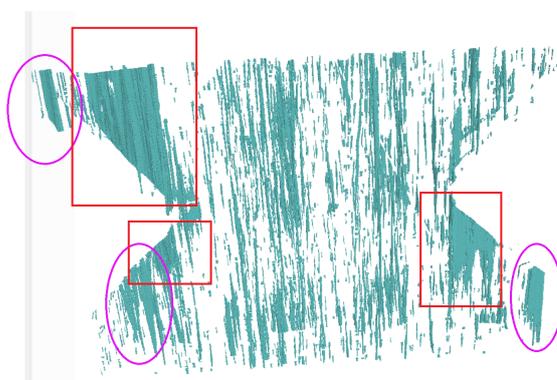


Figura 4.34: Imagem 3D dos defeitos e trincas da E2.

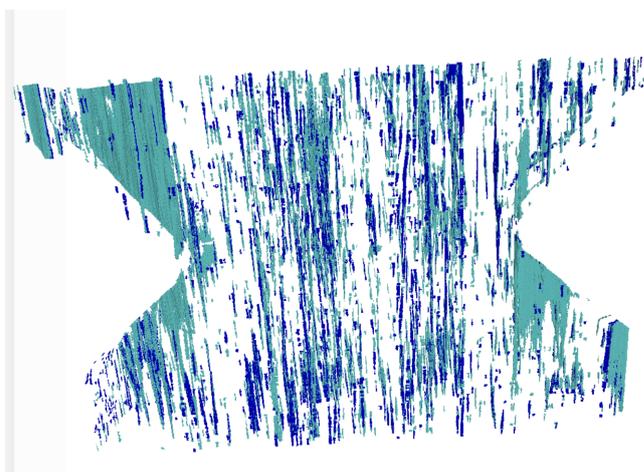


Figura 4.35: Imagens I1 (cor azul) e E2 (cor verde) sobrepostas para o CP1.

minar, já que se desenvolvem na interface entre duas camadas, causando uma delaminação dentro do material.

A figura 4.37 mostra as trincas geradas no material após o ensaio mecânico (vista das imagens I1 e E2 no plano XY).

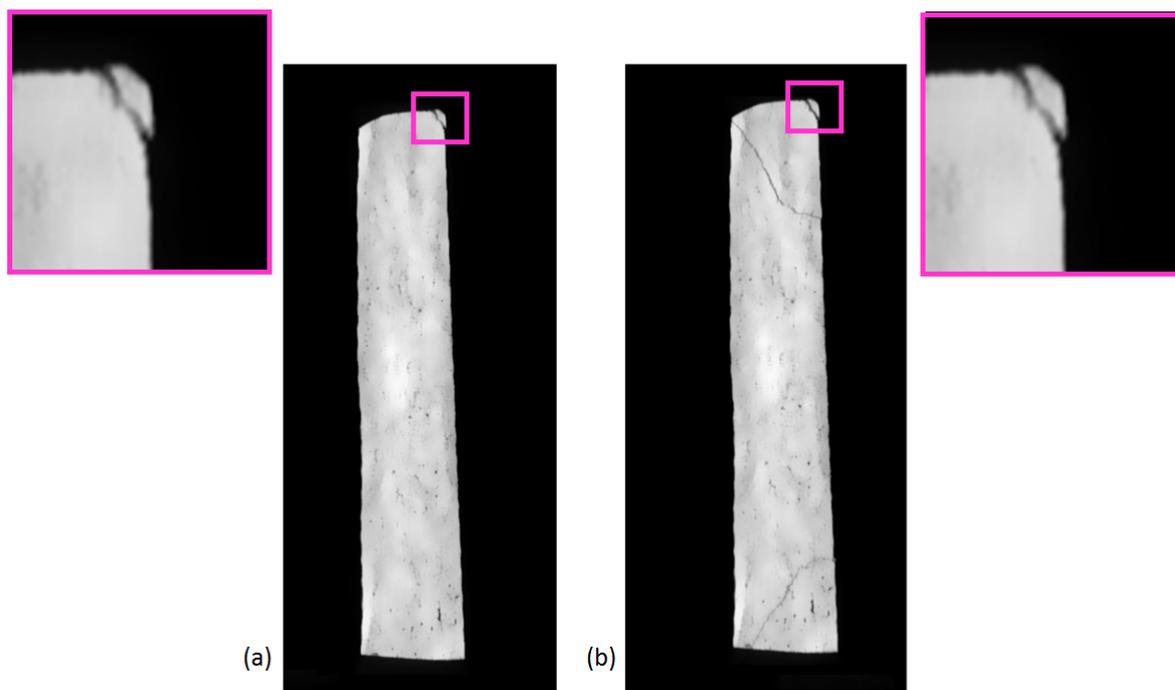


Figura 4.36: Comparação 2D dos defeitos e trincas marcadas no quadrado rosa das imagens: (a) I1 e (b) E2 para o CP1.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1421654/CA



Figura 4.37: Observação das trincas na E2 para o CP1 marcadas no quadrado vermelho.

Já para o CP2 a observação das trincas não é trivial, devido principalmente à elevada resistência do material. Entretanto, pode-se observar na figura 4.38 a aparição de danos causados por micro-trincas na interface fibra-matriz após o ensaio (vista da E2 no plano XY).

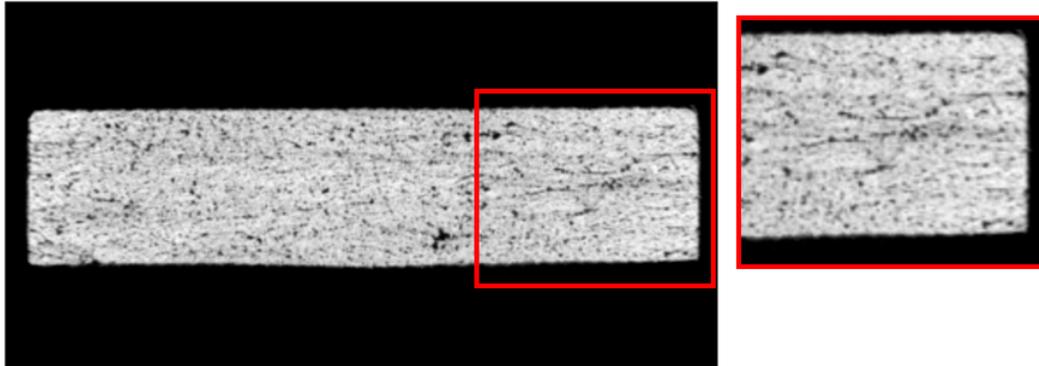


Figura 4.38: Comparação 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP2.

Nas figuras 4.39 e 4.40 podem-se observar a visualização 3D da imagem I1 para o CP1.

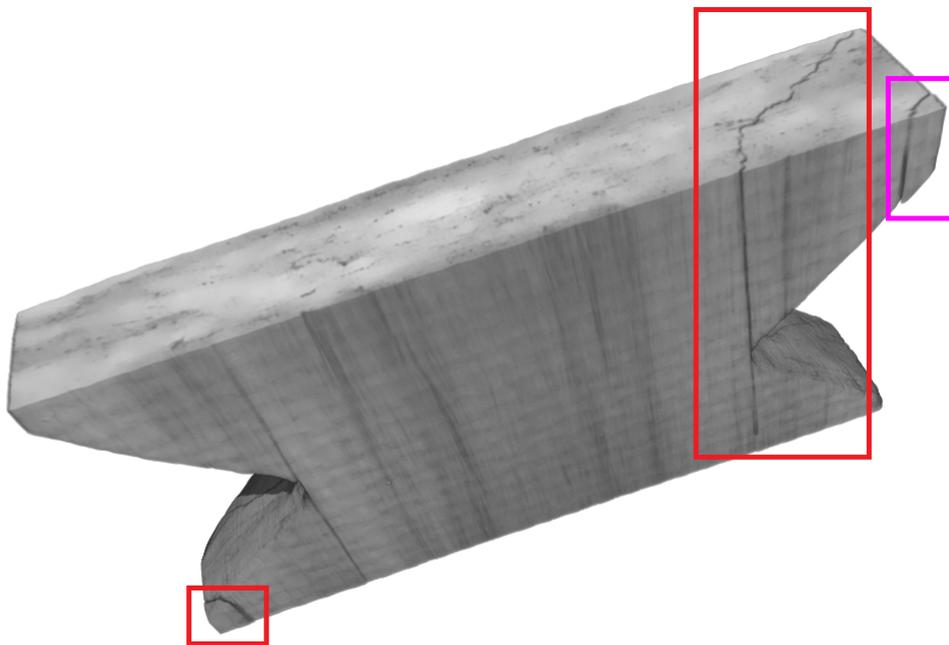


Figura 4.39: Visualização 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP1.

Em resumo estabeleceu-se nesta dissertação uma metodologia de análise para amostras de materiais compósitos baseada na análise de imagens obtida pela técnica de microtomografia (μ CT). Foram encontrados e identificados os

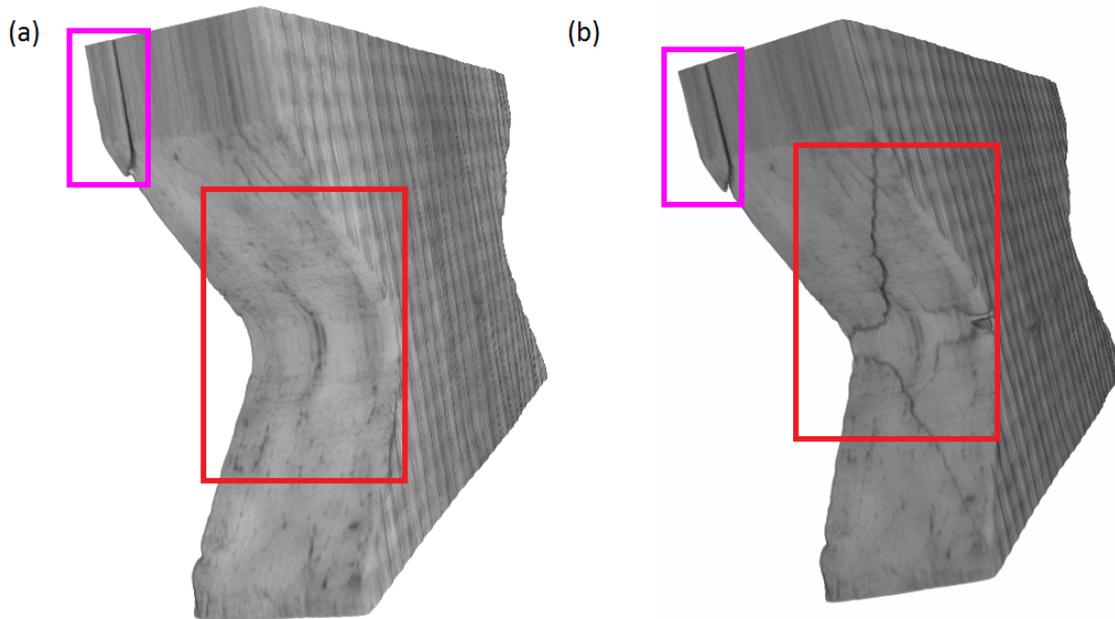


Figura 4.40: Visualização 3D dos defeitos e trincas na E2 do CP1. O quadrado rosa representa a trinca existente no material e a vermelha as resultantes após ao ensaio

defeitos e as trincas antes e após o ensaio mecânico. Esta metodologia estabeleceu a caracterização de dois corpos de provas em duas etapas: uma etapa de calibração realizada no CP2, a qual foi realizado o teste de sensibilidade tomografando este CP antes do ensaio, sem ser retirado do equipamento e em seguida sendo retirado, nas mesmas condições de captura. Na última etapa foram realizadas as tomografias dos CPs após o ensaio mecânico (seção 3). Foi estabelecida uma rotina dividida em duas etapas (seção 3), com a intenção de obter a informação quantitativa das imagens tomografadas. Estas etapas mostraram como resultado um aumento significativo entre os volumes de defeitos da E2 comparada com a I1, como se esperava. Na tabela 4.3, são apresentadas as variações de volume de defeitos para o CP2 que no caso das imagens I1, I2, Ret apresentaram resultados muito próximos.

Para visualizar melhor os resultados qualitativos experimentais dos corpos de provas 1 e 2, os principais parâmetros apresentados nas seções anteriores foram agrupados na tabela 4.5.

A falha de um componente em uma estrutura acontece no instante em que não pode cumprir com a função para o qual foi planejado (37). Considerando que o CP2 foi mais tolerante ao dano, pode-se dizer que não apresentou uma falha estrutural notável. Portanto, observando e comparando os valores listados na tabela 4.5, pode-se dizer que houve um aumento significativo do volume de defeitos após ensaio e visualizado nas imagens da seção 4.4.

Tabela 4.5: Resultados para o CP2 das imagens alinhadas

Etapa (Corpo de prova)	V_D (%)
I1 (CP1)	1
E2 (CP1)	3
I1 (CP2)	7,8
E2 (CP2)	14

Foi identificado também o modo de falha interlaminar para estes materiais, na forma de delaminações e por micro-trincas na interface fibra-matriz.

5 Conclusões

A presente dissertação abordou a caracterização de compósitos de matriz epóxi reforçados por fibras de vidro através do processamento e análise digital de imagens adquiridas pela técnica de microtomografia.

A principal motivação foi desenvolver uma metodologia para a análise destes materiais. Observando as imagens segmentadas, fica evidente a importância do estudo das camadas internas do material. Observa-se como a estrutura do material torna-se mais perceptível, e os defeitos aparecem. Os corpos de prova analisados, possuem uma morfologia visual completamente diferente do que possibilitou diferenciar a aparição destes defeitos no material.

Assim, as imagens, ou seções transversais, resultado das tomografia passaram por algumas etapas de processamentos, tais como: escolha de uma região de interesse (ROI), segmentação da região de interesse, preenchimento dessas seções e quantificação de parâmetros. A região de interesse, ou ROI, foi determinada visando a representatividade da amostra aliada ao limite computacional (tamanho da imagem resultante).

O uso de imagens geradas pela técnica de μ CT permitiu uma visualização de dados em 2D, que foram reconstruídos e renderizados como imagens 3D, o que ajuda na análise das amostras. A análise de imagens 3D permitiu identificar os danos e defeitos tais como vazios e imperfeições na estrutura do material, possibilitando a identificação das delaminações causadas pelo ensaio de flexão. Desta forma, é possível correlacionar a resposta mecânica do material compósito com alterações microestruturais e começar a entender os mecanismos de falha em 3D.

O PADI, portanto, permitiu identificar estes danos e desta maneira verificar a boa qualidade do material para sua aplicação final. A metodologia desenvolvida para a caracterização dos danos presentes em materiais compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras de vidro apresentou bons resultados.

5.1

Trabalhos futuros

Como proposta para futuros trabalhos, distinguimos:

- I A necessidade de melhorar os sistemas computacionais e comparar os resultados obtidos com as diferentes resoluções que o equipamento possui.
- II Para estudar um critério de falha mais eficiente, sugere-se a realização de outros ensaios.
- III Repetir a metodologia de estudo desenvolvida para outros tipos de materiais laminados com outras fibras de reforço, como por exemplo: fibra de carbono uni-direcionais, tecidos de aramida e tecidos de fibra de vidro.
- IV Diminuir o tamanho das amostras para melhorar a resolução.
- V Fazer o acompanhamento da evolução dos danos e entender o processo de falha.

6 Anexos

6.1 Resultados das imagens após ao alinhamento

6.1.1 CP1

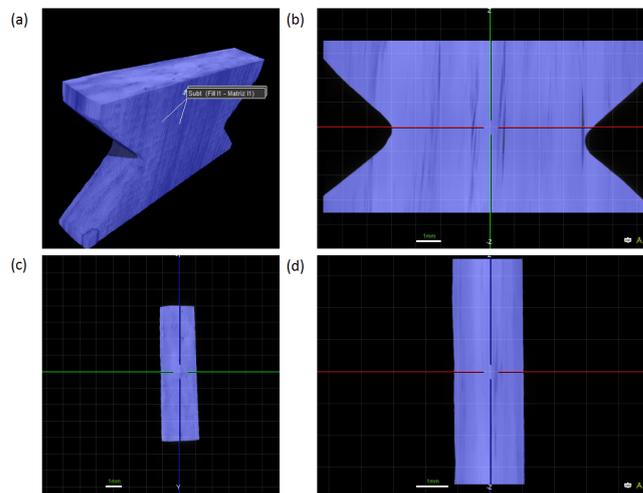


Figura 6.1: Visualização da matriz da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

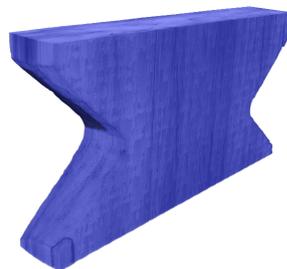


Figura 6.2: Resultado 3D da matriz da I1 do CP1 após ao alinhamento.

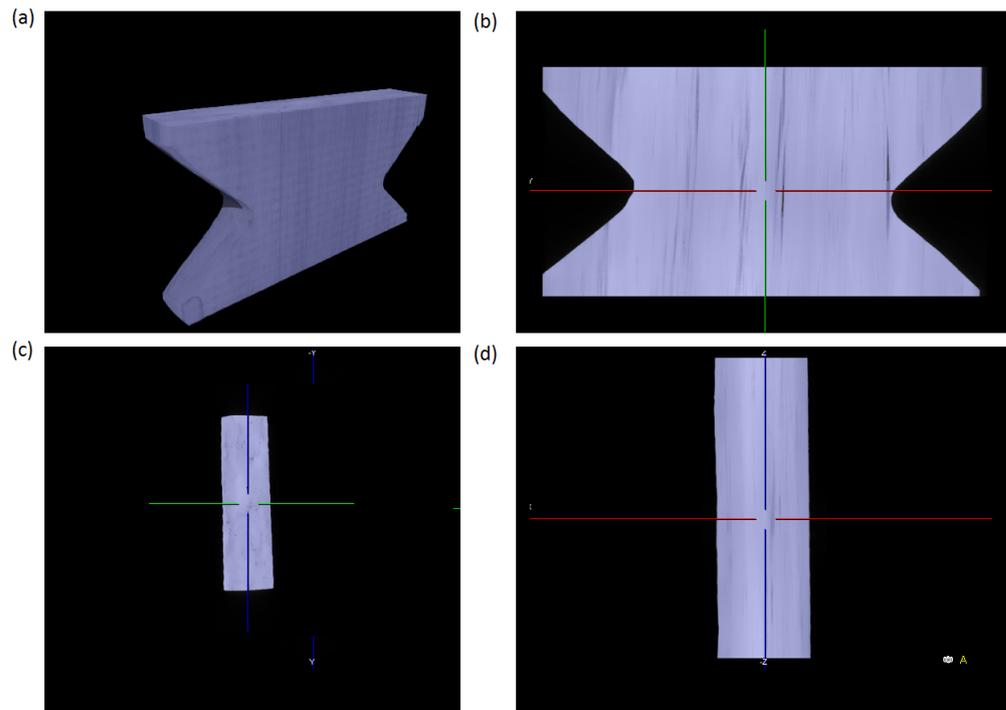


Figura 6.3: Visualização do preenchimento da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

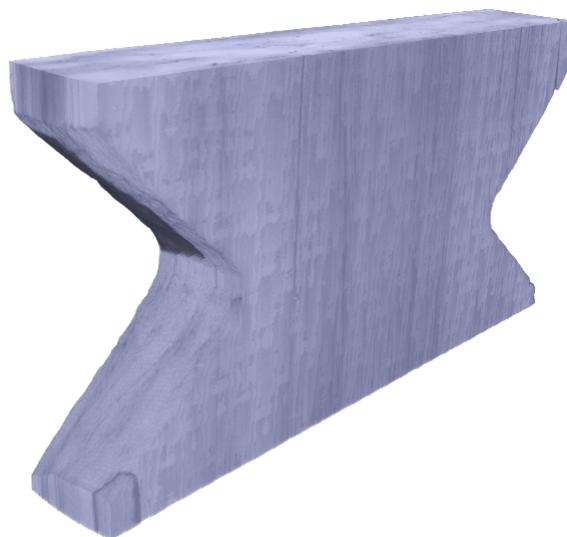


Figura 6.4: Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP1 após ao alinhamento.

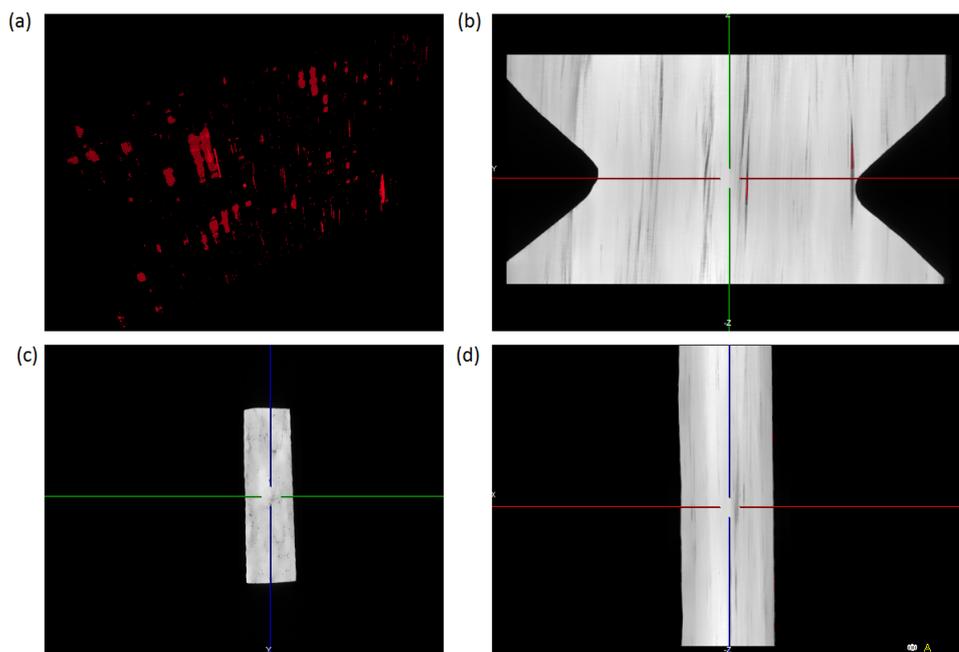


Figura 6.5: Visualização dos defeito da I1 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

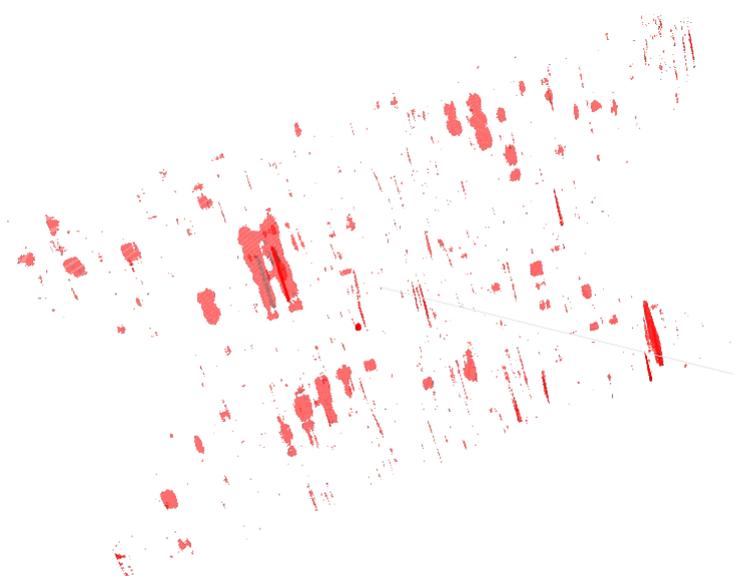


Figura 6.6: Imagem 3D dos defeitos da I1 do CP1 após ao alinhamento.

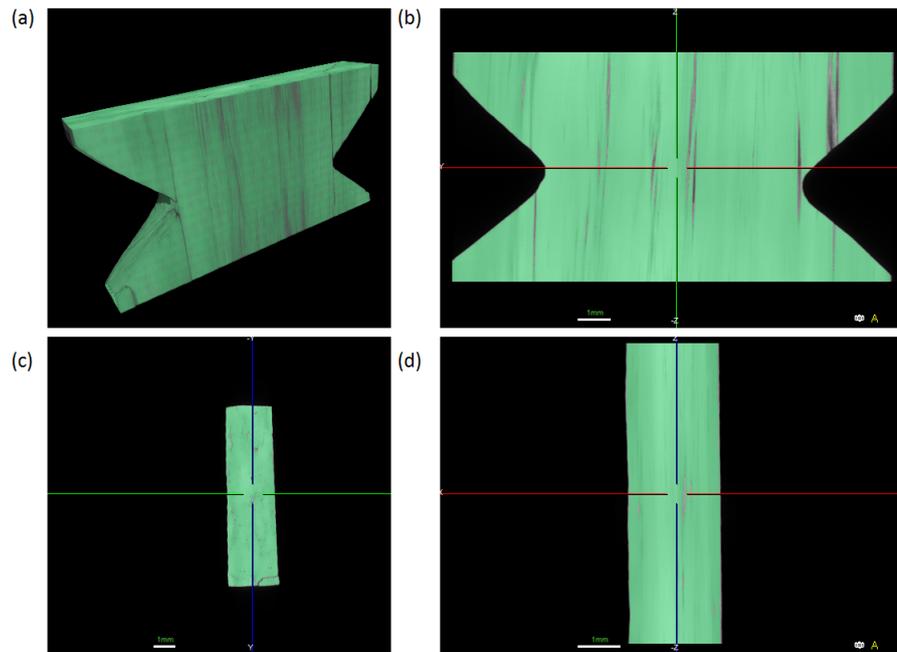


Figura 6.7: Visualização da matriz da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

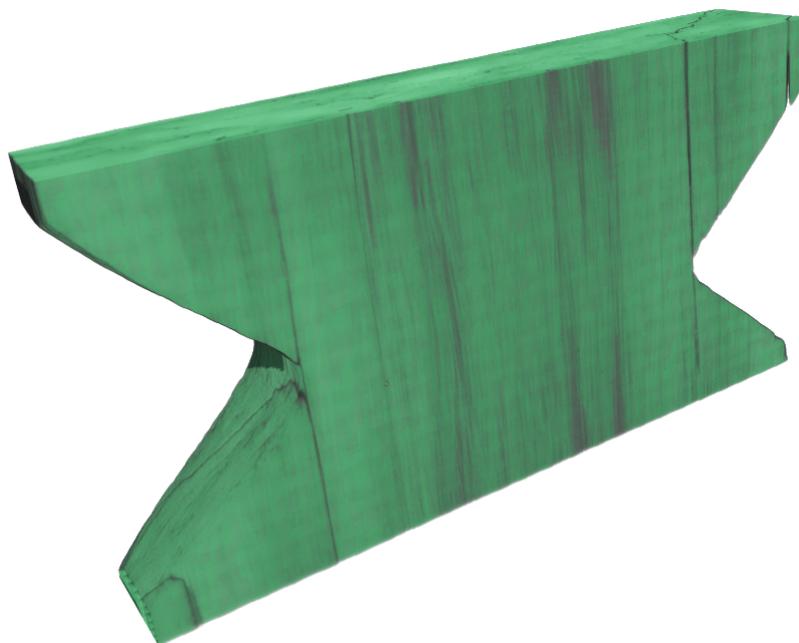


Figura 6.8: Imagem 3D da matriz da E2 do CP1 após ao alinhamento.

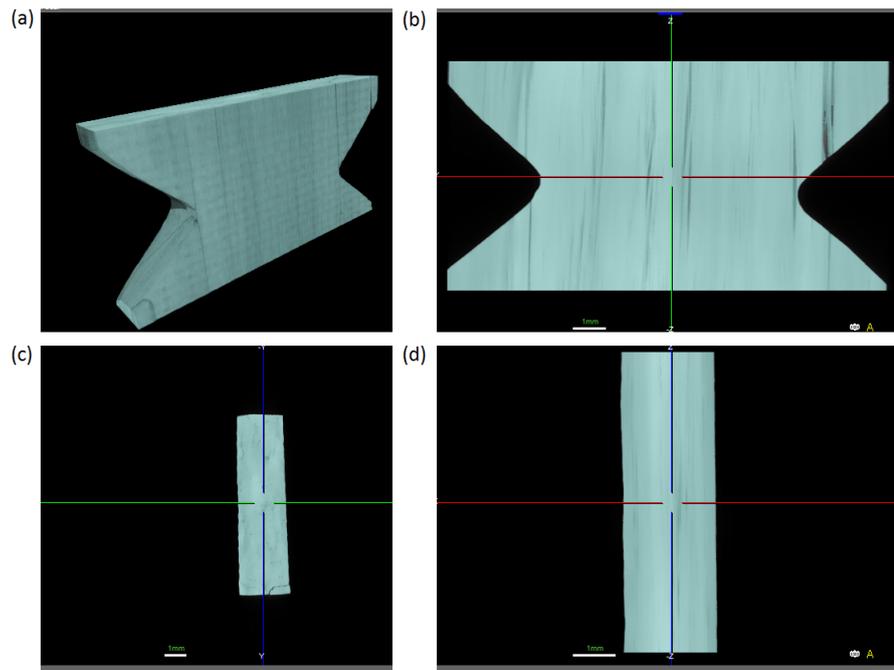


Figura 6.9: Visualização do preenchimento da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1421654/CA

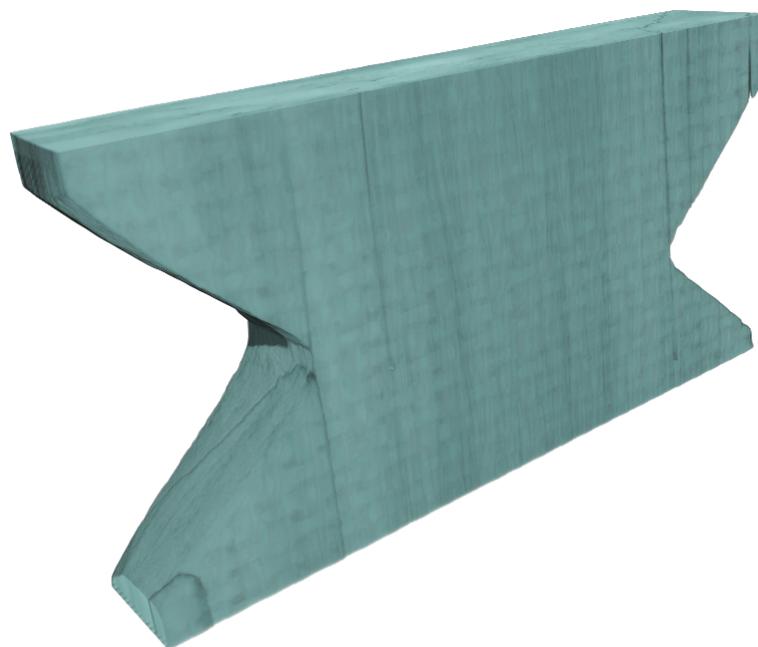


Figura 6.10: Imagem 3D do preenchimento da E2 do CP1 após ao alinhamento.

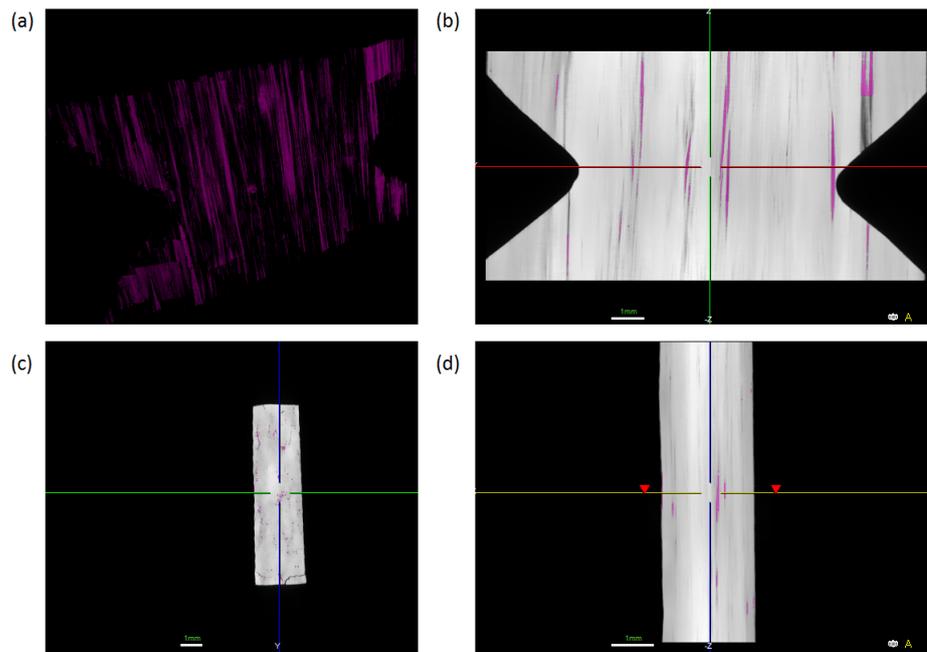


Figura 6.11: Visualização dos defeito da E2 do CP1: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

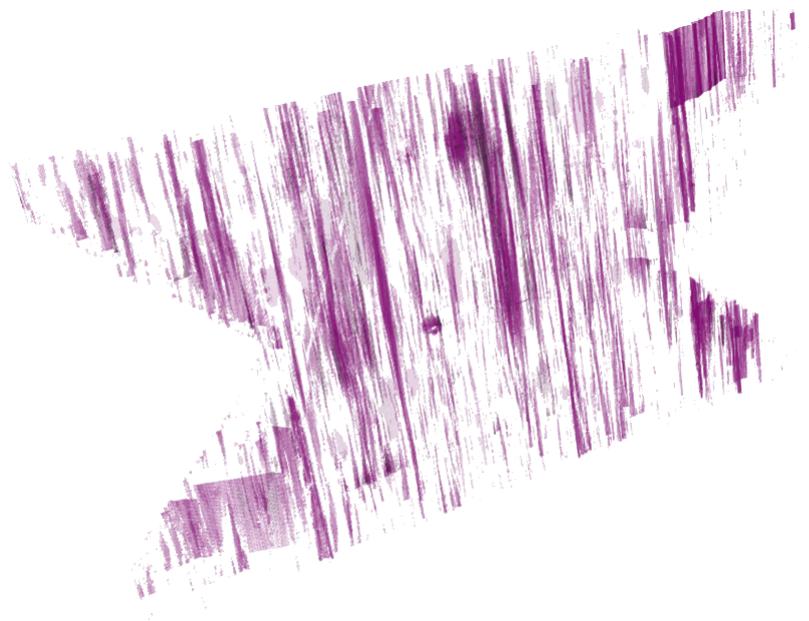


Figura 6.12: Imagem 3D dos defeitos da E2 do CP1 após ao alinhamento.

6.1.2
CP2

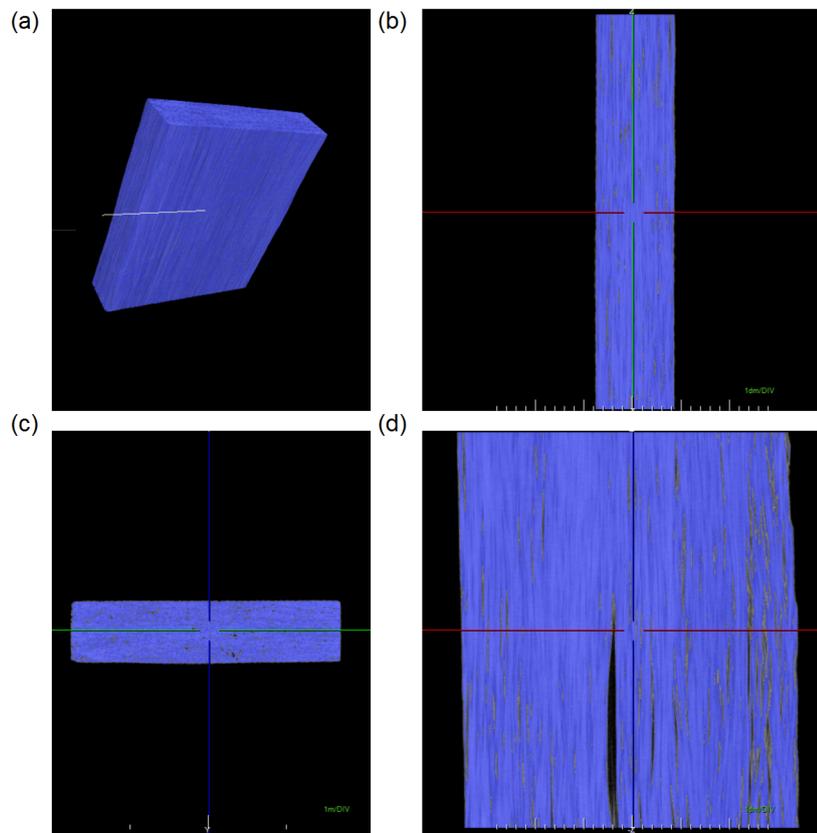


Figura 6.13: Visualização da matriz da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

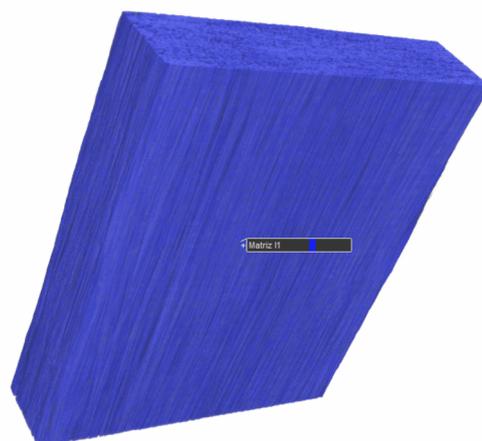


Figura 6.14: Resultado 3D da matriz da I1 do CP2 após ao alinhamento.

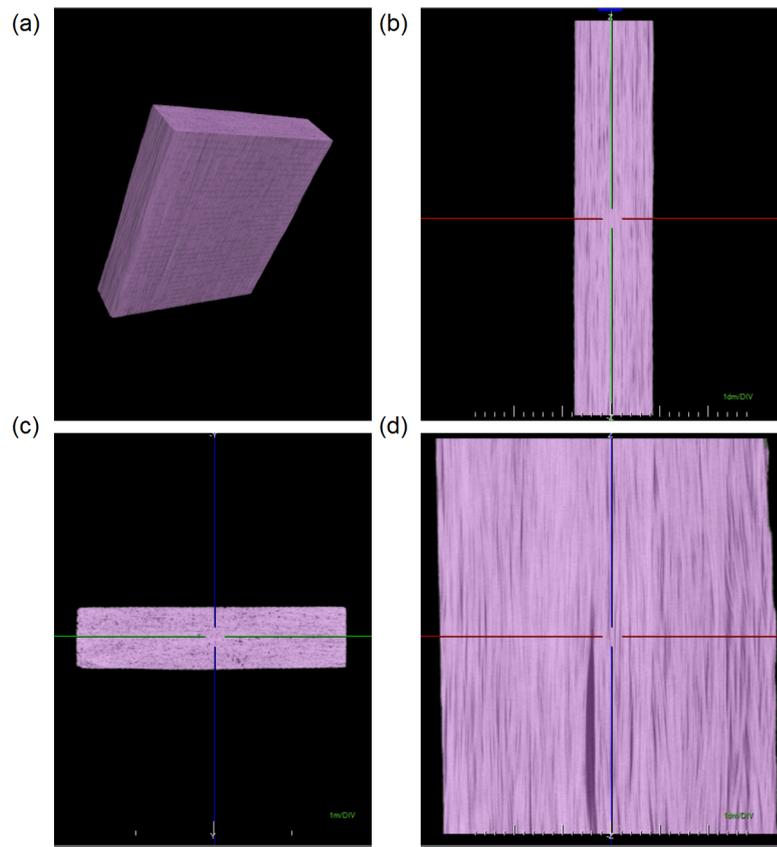


Figura 6.15: Visualização do preenchimento da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.



Figura 6.16: Imagem 3D do preenchimento da I1 do CP2 após ao alinhamento.

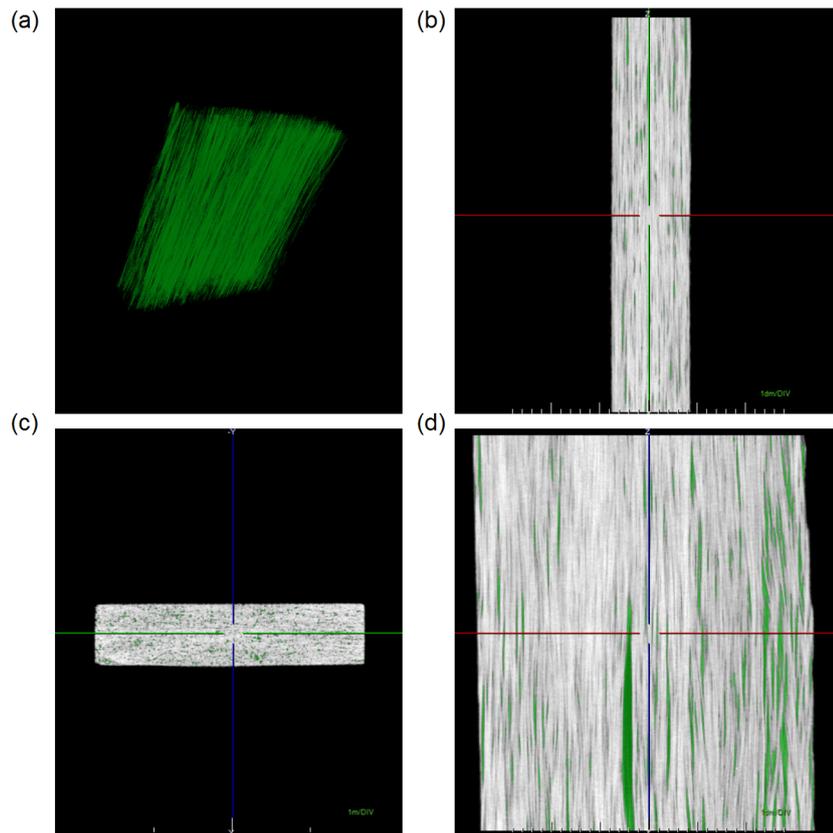


Figura 6.17: Visualização dos defeito da I1 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

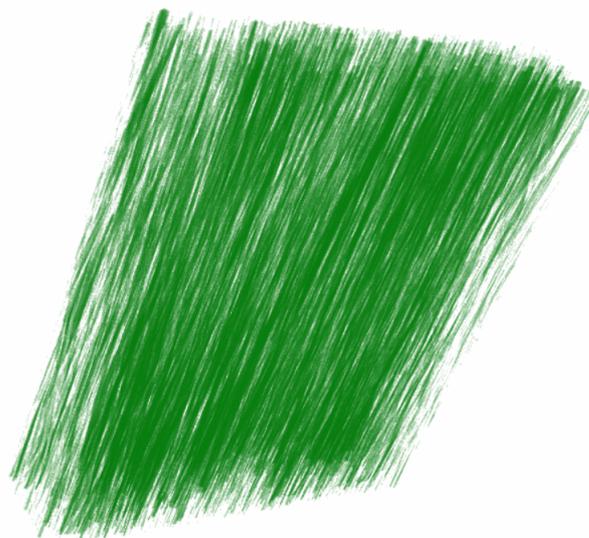


Figura 6.18: Imagem 3D dos defeitos da I1 do CP2 após ao alinhamento.

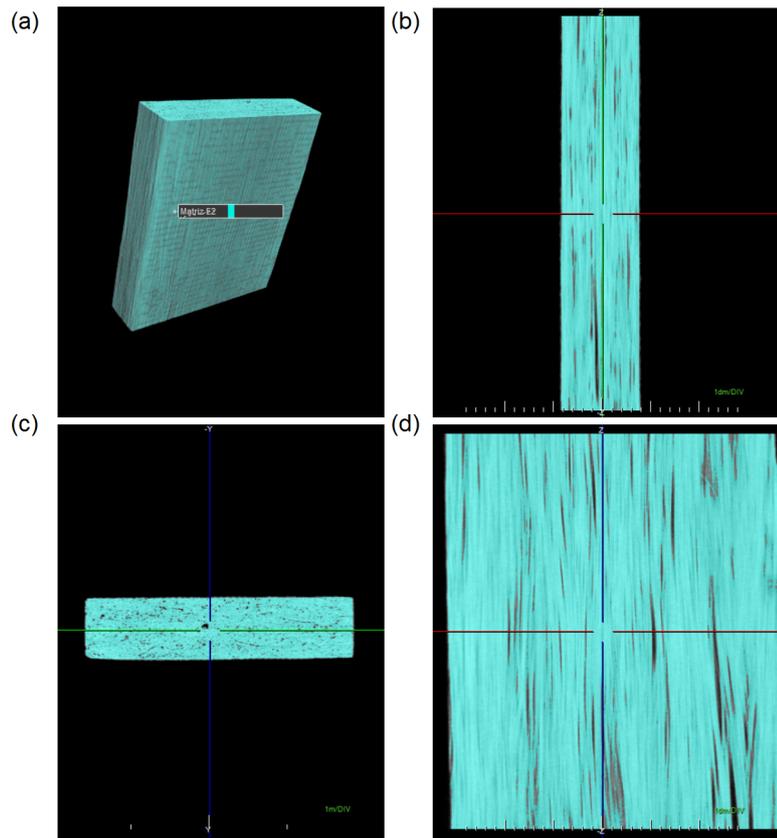


Figura 6.19: Visualização da matriz da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após o alinhamento.

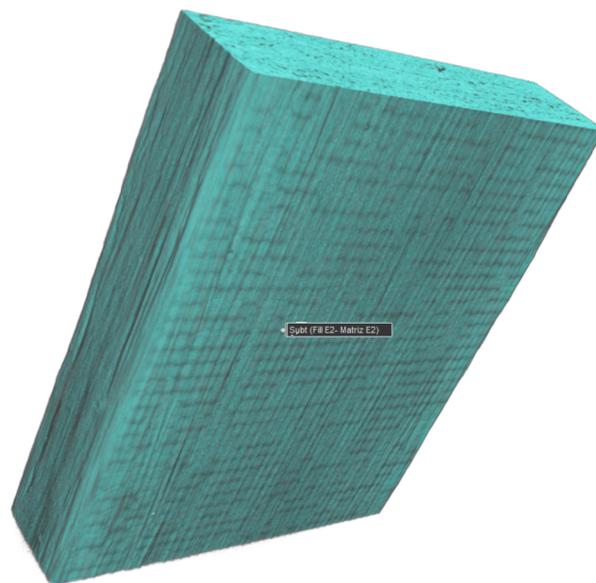


Figura 6.20: Imagem 3D da matriz da E2 do CP2 após o alinhamento.

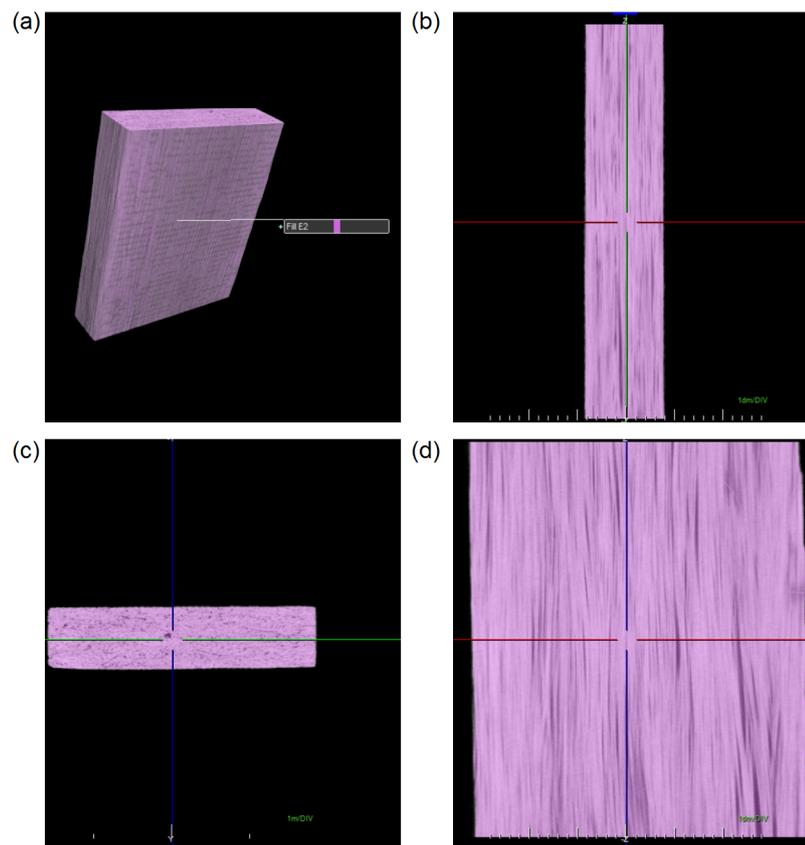


Figura 6.21: Visualização do preenchimento da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.



Figura 6.22: Imagem 3D do preenchimento da E2 do CP2 após ao alinhamento.

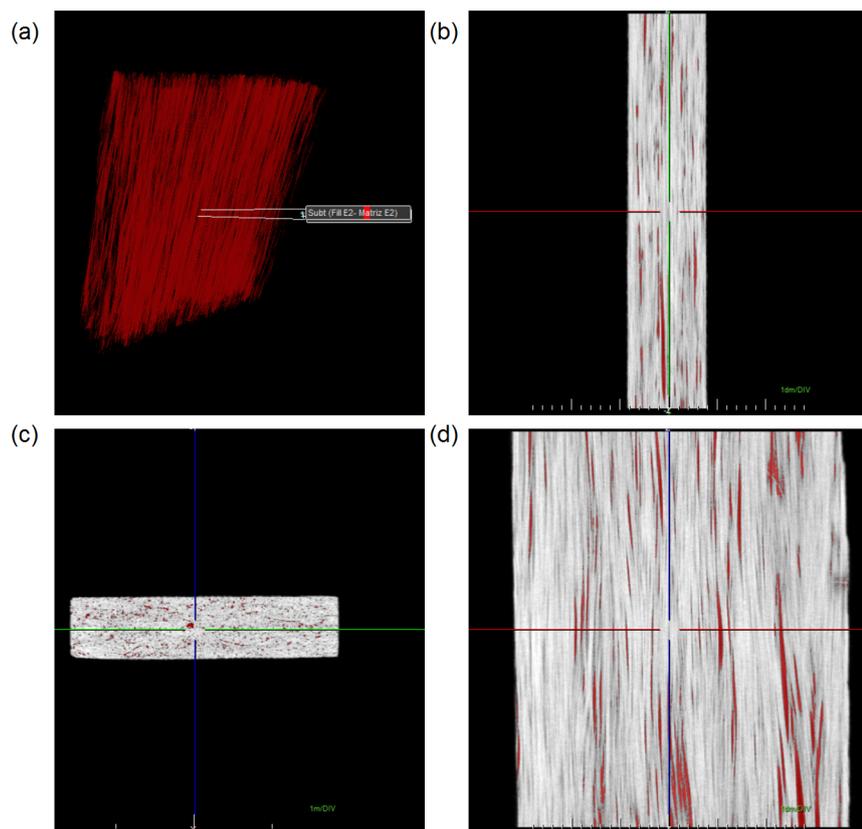


Figura 6.23: Visualização dos defeito da E2 do CP2: (a) em 3D, (b) no plano yz (c) no plano xy (d) no plano xz após ao alinhamento.

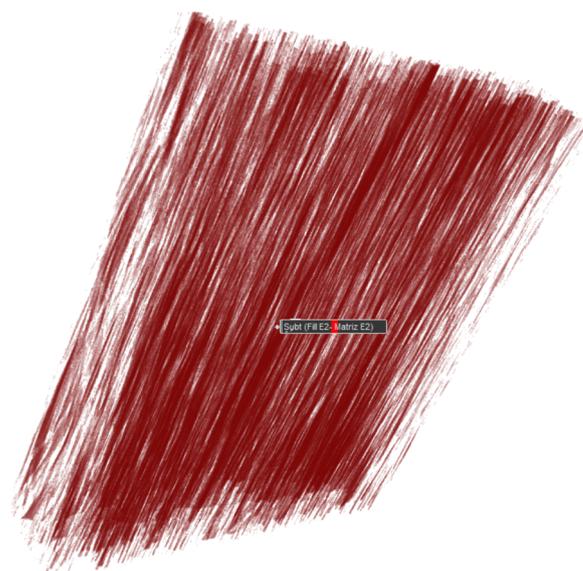


Figura 6.24: Imagem 3D dos defeitos da E2 do CP2 após ao alinhamento.

Referências bibliográficas

- [1] REZENDE, M. C.. **O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 10:7, 2000.
- [2] LOPES, A. H.. **Metodologia de dupla energia aplicada a microtomografia computadorizada**. Tese de doutorado em engenharia nuclear, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, 2015.
- [3] MEES, F; SWNNER, R.; VAN GEET, M.; AND JACOBS (EDS), P. . **Applications of x-ray computed tomography in the geosciences**. *Geological Society*, 215:8, 2003.
- [4] PARREIRA GONÇALVES V.. **Avaliação do comportamento mecânico de tubos compósitos fabricados por enrolamento filamentar submetidos à pressão interna**. Tese de doutorado em engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro (Escola Politécnica), Rio de Janeiro, 2012.
- [5] EMMANUEL, P.. **Materiais compósitos**. Passedireito, 2012. Acesso em:Abril de 2012.
- [6] ROMARIZ, L. A.. **Dano em placas laminadas devido ao impacto a baixas velocidades**,. Dissertação de mestrado, Escola Politécnica Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.
- [7] MORAES D'ALMEIDA, J. R. . **Material compósitos, material de aula**. Publicações PUC-Rio, 2:10, 2014.
- [8] MALLICK, P.. **Fiber-Reinforced Composites, Materials, Manufacturing, and Design**. LLC, Michigan, 3 edition, 2007.
- [9] WRIGHT P.; FU X.; SINCLAIR I.; AND SPEARING S.M.. **Ultra high resolution computed tomography of damage in notched carbon fiber-epoxy composites**. *Composite Materials*, 47:10, 2008.
- [10] KARPUZ, P.. **Mechanical characterization of filament wound composite tubes by internal pressure testing**. Dissertação de mestrado, Middle East Technical University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 2005.

- [11] LEITE, C. L.. **Desenvolvimento e caracterização de tubos compósitos para aplicação em risers rígidos**. Dissertação de mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 2011.
- [12] JAIGOBIND, A. G.; AMARAL, L.; AND JAISINGH S.. **Fabricação de peças em fibra de vidro (compósitos)**. Instituto de Tecnologia do Paraná. TECPAR, Paraná, Brasil, 1 edition, 2007.
- [14] SALVAGNI H., K.. **Estudo do comportamento hidráulico e mecânico de materiais geotécnicos para barreiras horizontais impermeáveis**. Tese de doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.
- [15] HULL, D. AND CLYNE T. W.. **An Introduction to Composite Materials**. Cambridge University Press, Cambridge, 2 edition, 1981.
- [16] ROMARIZ L. A.. **Dano em placas laminadas devido ao impacto a baixas velocidades**. Dissertação de mestrado em engenharia mecânica, Escola Politécnica Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.
- [17] CASA GRANDE, P. H.. **Materiais compósitos, curso de engenharia**. Grande Área Química, 3:7, 2010.
- [18] MEES, F.; GEET, M. AND JACOBS, P. **Applications of x ray computed tomography in geosciences**. Geological Society Special Publications, 6:7, 2014.
- [19] FERREIRA SILVA, L.. **Aquisição, processamento e análise de imagens 3d: Microtc e fib-sem na caracterização de defeitos em solda molhada**. Tese de doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2014.
- [20] OGÊ MARQUES FILHO, AND VIEIRA NETO, H.. **Processamento Digital de Imagens**. Brasport, 331, 2 edition, 1999.
- [21] MARTINS GOMES, O.. **Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais**. Dissertação de mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2001.
- [22] BUFFIEÁ J.; MAIRE E.; CLOETENS P.; LORMAND G. AND FOUGEÁ R.. **haracterization of internal damage in a mmcp using x-ray synchrotron phase contrast microtomography**. Elsevier Science, 1:7, 1998.

- [23] SHILLING, P.; KAREDLA, B.; TATIPARTHI, A.; VERGES, M. & HERRINGTON, P.. **X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites.** Composites science and technology, 8:7, 2005.
- [24] SCHELL J.S.U.; RENGGLI M.; VAN LENTHE G.H.; MULLER R.; ERMANNI P.. **Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure.** Composites Science and Technology, 66:7, 2006.
- [25] SINAN F.; TAMER S.; EGEMEN A.. **Internal damage investigation of the impacted glass/glass + aramid fiber reinforced composites by microcomputerized tomography.** NDT&E International, 51:7, 2012.
- [26] MADRA A.; EL HAJJ N.; AND BENZEGGAGH M.. **X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic.** Composites Science and Technology, 95:8, 2014.
- [27] CZABAJ, M.; RICCIO, M.; & WHITACRE, W.. **Numerical reconstruction of graphite/epoxy composite microstructure based on sub-micron resolution x-ray computed tomography.** Composites Science and Technology, 105:8, 2014.
- [28] RIQUE, A. M.; MACHADO, A. C.; OLIVEIRA, D. F.; & LOPES, R.. **X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite.** Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 349:7, 2015.
- [29] NAGLIS, M. M. AND MORAES D'ALMEIDA, J. R.. **Avaliação dos modos de falha sob impacto de compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras.** Polímeros: Ciência e Tecnologia, 1:7, 1998.
- [30] CALLISTER, W. D.. **Ciência e Engenharia de Materiais Uma Introdução.** LTC, 620, 7a edition, 2007.
- [31] ZEISS. **XRM Flat Panel User's Guide.** Carl Zeiss X-ray Microscopy, Pleasanton, USA, xradia versa 11.x edition, 2015.
- [32] OBJECT RESEARCH SYSTEMS (ORS). **Ors visual si user manual,** 2014. Acesso em: Junho de 2016.
- [33] IMAGE REGISTRATION IN DATAVIEWER. **A brief user guide.** 20, 1.5 edition, 2014.

- [34] BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER. **The user' guide**. Pag 139, 1.13 edition, 2013.
- [35] ASTM D790-10. **Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials**. ASTM International, 10:7, 2003.
- [36] AME. **Máquina universal de ensaio - ame**. Acesso em: Abril de 2015.
- [37] MATTHEWS, F.L AND RAWLINGS, R.D.. **Composite materials: engineering and science**. Chapman and Hall, London, 1a edition, 1994.