UNESP Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

> Guaratinguetá 2010

KAMILA AMATO DE CAMPOS

FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA: ANÁLISE DO COMPORTAMENTO FRACTAL DE FRATURA EM COMPÓSITOS CARBONO/EPÓXI, POR PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de O. Hein

Co-Orientador: Prof. Dr. Édson Cocchieri Botelho

Guaratinguetá 2010

	Campos, Kamila Amato de
C198f	Fractografia quantitaiva: análise do comportamento fractal de fratura
	em compósitos carbono/epóxi, por processamento digital de imagens. /
	Kamila Amato de Campos – Guaratinguetá : [s.n], 2010.
	136f. : il.
	Bibliografia: f. 124-136
	Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de
	Engenharia de Guaratinguetá, 2010.
	Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein
	Co-orientador: Prof. Dr. Édson Cocchieri Botelho
	1. Fractografia 2. Compósitos poliméricos 3. Processamento de imagens I. Título
	CDU 620.184



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

KAMILA AMATO DE CAMPOS

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE "MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA"

> PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN Prof. Orientador / Unesp-Feg

Spereira

Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA

Prof. Dr. ANA LUCIA HOROVISTIZ IPEN

Julho de 2010

DADOS CURRICULARES

KAMILA AMATO DE CAMPOS

NASCIMENTO	03.05.1977 – GUARATINGUETÁ / SP
FILIAÇÃO	Osmar Galvão de Campos Verônica Macedo Amato
1997/2001	Curso de Graduação em Engenharia de Produção Mecânica, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2008/2010	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por permitir que tudo tivesse acontecido e por ter me dado força e ter me inspirado;

ao meu orientador, *Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein*, por sua confiança em meu trabalho, sua amizade, sua orientação técnica e profissional e por ter sempre me incentivado;

ao meu co-orientador, *Prof. Dr. Édson Cocchieri Botelho*, por sua orientação quanto ao material utilizado neste trabalho e seus condicionamentos;

aos meus pais, *Osmar* e *Verônica*, por tudo que me ensinaram e por todo amor que me deram, e em especial à minha *mãe* que sempre esteve ao meu lado, acreditando em meu potencial;

à minha irmã Karina, por seu apoio incondicional;

ao meu amado *Peterson*, que soube entender minha dedicação a este trabalho, me dando seu amor e seu carinho;

à minha querida amiga Maria Gabriela Ranieri, por sua amizade tão especial;

aos meu amigos *Pietro Carelli, Paulo Rosa e Fernanda Bueno*, por compartilharem comigo as dúvidas, as soluções e o sucesso deste trabalho;

às alunas da graduação Juliana Augusto e Thaís Pereira;

à Empresa Alltec, pela doação do material utilizado no trabalho;

ao *CTA*, na pessoa da *Dra. Mirabel Rezende* e do *Sr. João Fernandes*, pelo processamento das lâminas de compósito;

aos *técnicos* dos laboratórios do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá;

aos funcionários da Secretaria da Pós-Graduação, Regina, Cristina, Juliana e Sidney;

às funcionárias da Biblioteca, em especial à Rosana e à Ana Maria;

à FAPESP, pelo apoio financeiro através do processo nº 2008/01788-2;

enfim, à todos aqueles que apesar de não terem tido seus nomes citados fizeram parte desta tão importante fase da minha vida. CAMPOS, K.A. Fractografia quantitativa: análise do comportamento fractal de fratura em compósitos carbono/epóxi, por processamento digital de imagens. 2010. 136 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

RESUMO

Superfícies de fratura expressam a seqüência de eventos de liberação de energia com a propagação de trincas, mostrando a relação entre os componentes da estrutura, campos de tensões locais e a formação de texturas típicas em seu relevo. No caso dos compósitos de matriz polimérica, a evolução das formações topográficas pode indicar as linhas de ação de carga, os efeitos de degradação pelo ambiente ou os defeitos de processamento. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é avaliar se as regiões de relevo formadas pelos diferentes mecanismos de propagação de trincas na fratura de compósitos termorrígidos, carbono/epóxi, podem ser relacionadas a diferentes valores de dimensão fractal, correspondendo à sua influência sobre a tenacidade. Os corposde-prova de compósito carbono/epóxi foram divididos em três grupos, sendo natural, com condicionamento higrotérmico e com condicionamento ultravioleta. As fraturas analisadas foram provenientes de ensaios DCB, em modo I de carregamento, sendo a aquisição das imagens feitas com o uso de microscópio óptico de reflexão e as topografias das superfícies obtidas pelo método de reconstrução por extensão de foco, calculando-se os valores de dimensão fractal com o uso dos mapas de elevações. A dimensão fractal foi classificada como: dimensão monofractal (D_f), quando a fratura é descrita por um único valor; ou dimensão textural (D_t), que é uma análise macroscópica da fratura, combinada com a dimensão estrutural (D_s) , que é uma análise microscópica. Os resultados demonstraram que não há relação entre D_f e G_{IC}, como proposto por Mecholsky, em seus trabalhos, não sendo esta medida uma propriedade do material. Quanto a D_t, esta medida não pode descrever qualquer propriedade do material, pois se restringe à descrição local do processo de fratura. Já D_s, descreve o micro-relevo e está associado às forças envolvidas na ruptura das ligações atômicas ou, consequentemente, à associação dos micromecanismos e microestrutura. Assim, descreve uma propriedade do material (G_{IC}) mas não o comportamento do processo de propagação de trincas ($G_I \ge D_s$).

PALAVRAS-CHAVE: Fractografia Quantitativa. Fractal. Compósito carbono/epóxi. Microscopia Óptica. Processamento Digital de Imagens.

CAMPOS, K.A. Quantitative fractography:analysis of the fractal behavior of fracture in composite carbon/epoxy, for digital image processing. 2010. 136 f. Dissertation (Master in Mechanical Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

ABSTRACT

Fracture surfaces express the sequence of events of energy release with crack propagation, showing the relationship between the components of the structure, local stress fields and the formation of textures in his typical relief. In the case of polymer matrix composites, the evolution of topographic features may indicate the lines of action of load, the effects of degradation of the environment or processing defects. Therefore, the objective this work is to assess if the relief regions formed by different mechanisms of crack propagation in the fracture of thermosetting composites, carbon / epoxy, may be related to different values of fractal dimension, corresponding to its influence on toughness. Composite carbon / epoxy specimens were divided into three groups, namely natural, with hygrothermal conditioning and ultraviolet conditioning. The fractures were analyzed from DCB tests in mode I loading, with the acquisition of images by using an optical microscope and the surface topographies obtained by an extended depth-of-field method, calculating the values of fractal dimension with the use of elevation maps. The fractal dimension was classified as: monofractal dimension (D_f) , when the fracture is described by a single value, or texture dimension (D_f) , which is a macroscopic fracture, combined with the structural dimension (D_s), which is a microscopic analysis. The results showed that there isn't relationship between D_f and G_{IC}, as proposed by Mecholsky in his work, since this measure is not a material property. As for D_t, this measure cannot describe any property of the material, because it restricts the description of the process to local fracture conditions. In other way, D_s describes the micro-relief and is associated to the forces involved in the rupture of atomic bonds and, thus, to the association between micromechanics and microstructure. Thus, describes a material property (G_{IC}) but not the behavior of the crack propagation process (G_I x D_s).

KEYWORDS: Quantitative Fractography. Fractal. Carbon/epoxy Composite. Light Microscopy. Digital Image Processing.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – I	lustração de um tecido com indicações de urdume, trama e sítios
i	ntersticiais 23
FIGURA 2 – C	Geometria de tecidos: (a) plano; (b) "basquet"; (c) "twill"; (d) "satin"
FIGURA 3 – I	magem de um sítio intersticial com excesso de resina e a presença de
٧	vazios 25
FIGURA 4 – F	Fórmula estrutural do grupo epóxi (MAY, 1988) 26
FIGURA 5 – C	Comportamentos tensão x deformação do material compósito 30
FIGURA 6 – 1	Fensões aplicadas no compósito: (a) tensão de tração axial σ 1, (b)
	tensão de tração transversal $\sigma 2$ e (c) tensão de cisalhamento $\tau 12$
((HULL, 1996) 36
FIGURA 7 – N	Modos básicos de carregamento envolvendo diferentes deslocamentos
Ċ	las superfícies das trincas (MASTERS, 1987) 37
FIGURA 8 – (a) esquema de quebra das fibras (pullout) e descolamento e (b) imagen
r	nicroscópica da fibra arrancada em um compósito (CHAWLA, 1998)
FIGURA 9 – I	Diferente planos de separação em compósitos de fibras contínuas
(GREENHALGH, 2009) 39
FIGURA 10 –	Esquema de falha por tração interlaminar sem concentração de tensão
((SMITH, 1987) 40
FIGURA 11 –	Região espelhada, névoa e crista de galo: (a) imagem microscópica e
(b) imagem esquemática (HULL, 1999) 41
FIGURA 12 –	Esquema de formação da crista de galo (hackle): (a) propagação de
t	rinca perpendicular ao campo inicial de tensões e (b) quebra da trinca
(QUINN,2007) 42
FIGURA 13 –	Tipos de falhas em compósitos com reforço de fibras. (a) falha
i	nterlaminar por tração, marcas de rio na superfície da fratura; (b) falha
i	nterlaminar por cisalhamento, cristas de galo na superfície da fratura
(SMITH, 1987) 43

FIGURA 14 – Progressão da seqüência de uma frente de delaminação (da esquerda
para a direita em cada imagem) em um laminado de tecido plano
(GREENHALGH, 2009) 44
FIGURA 15 – Curva de Peano 45
FIGURA 16 – Curva de Kock (STACK; CYBO, 2003) 46
FIGURA 17 – Formas irregulares presentes na natureza. (a) couve-flor e (b) folhas d
samambaia 47
FIGURA 18 – Construção e medição do floco de neve de Kock (CHARKALUK;
BIGERELLE; IOST, 1998) 48
FIGURA 19 – Linha de perfil e suas ampliações (STACK; CYBO, 2003) 49
FIGURA 20 – Gráfico bifractal – identificação de D_t e D_s
FIGURA 21 – Espectro de singularidade multifractal 51
FIGURA 22 – Esquema de posicionamento das camadas de pré-impregnado 53
FIGURA 23 – Ciclo de cura real 54
FIGURA 24 – Câmara de climatização higrotérmica - Marconi modelo MA 835/UR
FIGURA 25 – (a) Câmara de condicionamento UV - Q-Lab QUV/Spray; (b) interior
da câmara; (c) posicionamento dos corpos-de-prova 56
FIGURA 26 – Geometria do corpo-de-prova utilizado no ensaio DCB 57
FIGURA 27 – Gráfico para cálculo do fator de correção associado à pré-trinca (Δ)
FIGURA 28 – (a) corpo-de-prova com os blocos fixados; (b) corpo-de-prova preso à
garras da máquina de ensaio 59
FIGURA 29 – Máquina de ensaio da Shimadzu, modelo AG-X 60
FIGURA 30 – Realização de um ensaio DCB, com deslocamento de 1 minuto entre
cada imagem 61
FIGURA 31 – Gráfico: Força x Deslocamento do ensaio DCB 62
FIGURA 32 – Medição da propagação da trinca 63
FIGURA 33 – Gráfico: G x a – ensaio DCB 63
FIGURA 34 – Ensaio ILSS – (a) início do ensaio; (b) término do ensaio 64
FIGURA 35 – Geometria do corpo-de-prova para ensaio ILSS

FIGURA 36 – Máquina de ensaio Shimadzu, preparada para ensaio ILSS 65
FIGURA 37 – Pilha de imagens com movimento progressivo da objetiva 66
FIGURA 38 – Saídas do método de reconstrução por extensão de foco: (a) Imagem
em foco, (b) Mapa topográfico e (c) Representação 3-D da imagem
em (b)
FIGURA 39 – Representação de um corpo-de-prova com as marcações da propagação
da trinca
FIGURA 40 –(a) imagem do tecido tipo plano, com fibra a 0° e a 90°; (b) fibra a
90°; (c) fibra a 0° 71
FIGURA 41 – (a) mapa de elevações original; (b) histograma de (a); (c) mapa de
elevações dividido por quatro; (d) histograma de (c)
FIGURA 42 – Espectro multifractal
FIGURA 43 – Modelo para determinação do <i>box size</i> e <i>box count</i>
FIGURA 44 – Cálculo da dimensão fractal com o uso do método box-couting, onde
o coeficiente angular da reta é igual a dimensão fractal
FIGURA 45 – Análise do histograma e limitação do gráfico
FIGURA 46 – Gráfico do método <i>box-countig</i> ajustado
FIGURA 47 – (a) gráfico do espalhamento dos pontos do método box counting com o
uso da derivada; (b) limite entre os pontos relacionados à $D_t e D_s \dots 79$
FIGURA 48 – Cálculo da dimensão textural (D_t) e dimensão estrutural (D_s) através do
coeficiente angular da reta 80
FIGURA 49 – Imagem macroscópica de modo I de fratura de um corpo-de-prova
de ensaio DCB 84
FIGURA 50 – Direção da fibra no compósito: (a) trama; (b) urdume 85
FIGURA 51 – Quebra das fibras nos cabos da trama
FIGURA 52 – Sítio intersticial
FIGURA 53 – Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB – condição natural
FIGURA 54 – Condição natural (N ₉): (a) gráfico P x deslocamento; (b) $G_I x a \dots 90$
FIGURA 55 – Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB – condicionamento
higrotérmico 92

FIGURA 56	– Condição higrotérmica (H ₉): (a) gráfico P x deslocamento;
	(b) G _I x a
FIGURA 57	 Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB – condicionamento
	ultravioleta
FIGURA 58	– Condição radiação ultravioleta (UV ₅): (a) gráfico P x deslocamento;
	(b) G _I x a
FIGURA 59	– Resultados de G _{IC} para cada condição 96
FIGURA 60	- Comparação macroscópica das superfícies de fratura (a) natural; (b)
	higrotérmica; (c) ultravioleta
FIGURA 61	 Comparação microscópica da superfície de fratura nas condições:
	(a), (b) e (c) natural; (d), (e) e (f) higrotérmica; (g), (h) e
	(i) ultravioleta
FIGURA 62	- Resultados do ensaio de resistência interlaminar (ILSS) 99
FIGURA 63	- Laminado de tecido carbono/epóxi após ensaio ILSS 100
FIGURA 64	– Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes
	direções da fibra nas amostras em condição natural: (a) fibra a 0°;
	(b) fibra a 90°
FIGURA 65	– Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes
	direções da fibra nas amostras em condição higrotérmica: (a) fibra a 0° ;
	(b) fibra a 90°104
FIGURA 66	– Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes
	direções da fibra nas amostras em condição ultravioleta: (a) fibra a 0° ;
	(b) fibra a 90°105
FIGURA 67	– Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes
	direções da fibra nas amostras em condição natural: (a) fibra a 0° ; (b)
	fibra a 90°
FIGURA 68	– Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes
	direções da fibra nas amostras em condição higrotérmica: (a) fibra a 0° ;
	(b) fibra a 90° 110
FIGURA 69	– Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes

direções da fibra nas amostras em condição ultravioleta: (a) fibra a 0° ;
(b) fibra a 90°111
FIGURA 70 – Relação a e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) nas condições: (a) natural;
(b) higrotérmica; (c) ultravioleta113
FIGURA 71 – Comparação entre os ensaios DCB na condição natural114
FIGURA 72 – Comparação dos resultados de D _s para todos os corpos-de-prova na
condição natural115
FIGURA 73 – Comportamento da dimensão estrutural (Ds) ao longo do corpo-de-
prova de cerâmica (HOROVISTIZ et al., 2010)116
FIGURA 74 – Condição natural: relação entre direção da fibra (0° e 90°) e (a) D_f ;
(b) D _t ; (c) D _s , na posição crítica117
FIGURA 75 – Condição higrotérmica: relação entre direção da fibra (0° e 90°) e
(a) D _f ; (b) D _t ; (c) D _s , na posição crítica118
FIGURA 76 – Condição ultravioleta: relação entre direção da fibra (0° e 90°) e
(a) D_f ; (b) D_t ; (c) D_s , na posição crítica

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Resultados do ganho de massa proveniente do condicionamento
higrotérmico
TABELA 2 – Resultados da perda de massa devido ao condicionamento ultravioleta
TABELA 3 – Resultados ensaio DCB, condição natural
TABELA 4 – Resultados ensaio DCB, condição higrotérmica
TABELA 5 – Resultados ensaio DCB, condição ultravioleta
TABELA 6 – Classificação do coeficiente de correlação (R) 102
TABELA 7 – Resultados do teste de hipótese para existência de correlação, com 5%
de significância106
TABELA 8 – Resultados do teste de hipótese para existência de correlação
(GI x dimensão fractal), com 5% de significância108

Lista de abreviaturas, siglas e símbolos

ASTM	 American Society for Testing and Materials
a ₀	 – comprimento da pré-trinca
a	- comprimento total da trinca
α	– ângulo de abertura da objetiva
b	– largura
D	– resolução vertical
D	– dimensão fractal
D_{f}	– dimensão monofractal
D _t	– dimensão textural
D _s	– dimensão estrutural
DCB	– Double Cantilever Beam
δ	- deslocamento
Δ	 – fator de correção associado à pré-trinca
3	– deformação
E	- módulo de elasticidade ou módulo de Young
E_{fibra}	– módulo de elasticidade da fibra
Ematriz	– módulo de elasticidade da matriz
G _c	– energia de fratura
GI	– resistência à fratura em modo I
G _{IC}	– resistência crítica à fratura em modo I
G _{IIC}	– resistência crítica à fratura em modo II
h	– espessura
Н	– higrotérmico
ILSS	– Interlaminar Shear Strength
K _c	– tenacidade à fratura
λ	- comprimento de onda
L	- comprimento
n	 – índice de refração do meio

n	– tamanho da amostra
Ν	– natural
N(<i>r</i>)	– número de cubos que intercepta a imagem
NA	– abertura numérica
NIH	– National Institute of Health
NL	– desvio de linearidade
Р	– força
P _C	– força crítica
PAN	– poliacrilonitrila
PEI	– poli-éter-imida
PPS	– poli-sulfeto de fenileno
Q	– expoente de escala
r	– medida da aresta do cubo
R	- coeficiente de correlação
\mathbf{R}^2	– espaço bidimensional
R^3	– espaço tridimensional
σ_{fibra}	– tensão de tração na fibra
σ_{matriz}	– tensão de tração na matriz
σ_1	– tensão de tração axial
σ_2	– tensão de tração transversal
τ_{12}	- tensão de cisalhamento
<i>t</i> _{cal}	-t de Student calculado
VIS	– observação visual
UV	– ultravioleta

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
1.1 Considerações Gerais	19
1.2 Objetivo	20
2 COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA	21
2.1 Introdução	21
2.2 Fibras de Carbono	22
2.2.1 Tecidos	23
2.3 Matrizes poliméricas termorrígidas	25
2.4 Matrizes poliméricas termoplásticas	26
2.5 Pré-impregnados	27
2.6 Interface reforço/matriz	28
2.7 Comportamento elástico dos compósitos	29
2.8 Condicionamento higrotérmico	31
2.9 Condicionamento ultravioleta	33
3 FRATURA EM MATERIAIS COMPÓSITOS	35
3.1 Propagação de trincas em compósitos	35
3.2 Micromecanismos de fratura e aspectos fractográficos	40
4 FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA	45
4.1 Conceito de Fractal	45
4.2 Dimensão Fractal	46
4.3 Multifractais	48
4.4 Modelo de Mecholsky	51
5 MATERIAIS E MÉTODOS	53
5.1 Material utilizado	53
5.2 Condicionamento higrotérmico	54
5.3 Condicionamento ultravioleta	55
5.4 Ensaio DCB	57
5.4.1 Cálculo G _I	61
5.5 Ensaio ILSS	64
5.6 Método de reconstrução por extensão de foco	66
5.7 Aquisição das imagens	69
5.8 Preparação da imagem para cálculo da dimensão fractal	72
5.9 Dimensão fractal	73
5.9.1 Cálculo da dimensão fractal	74
5.9.1.1 Método <i>box-counting</i>	74
5.9.2 Cálculo multifractal	78
6 RESULTADOS E DISCUSSAO	81
6.1 Condicionamento higrotérmico	81
6.2 Condicionamento ultravioleta	82
6.3 Análises macroscópicas da fratura	83
6.4 Ensaio DCB	87
6.4.1 Condição natural	88
6.4.2 Condição higrotérmica	91

0.4.5 Condição unavioreia	-
6.5 Ensaio ILSS	8
6.6 Relação entre G _{IC} e dimensão fractal10	01
6.7 Relação entre G _I e dimensão fractal10	98
6.8 Relação entre distância da fratura (a) e dimensão fractal11	12
6.9 Relação entre dimensão fractal e direção da fibra11	16
7 CONCLUSÃO	21
REFERÊNCIAS	24

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações Gerais

Os compósitos de matriz polimérica têm conquistado, atualmente, mais espaço em aplicações como material de engenharia. Esta grande utilização é devido à combinação de baixa massa específica com excelentes propriedades mecânicas, além de proporcionar flexibilidade na produção de peças complexas com propriedades locais específicas (COSTA, 1998; BOTELHO; REZENDE, 2002).

Os laminados de compósitos poliméricos têm sido amplamente usados em aplicações aeronáuticas e espaciais, sendo que o principal motivo para isto é que estes materiais satisfazem os requisitos de resistência mecânica e rigidez para componentes de grande responsabilidade estrutural, com peso inferior ao das estruturas equivalentes em metal. Estas peças, quando colocadas em serviço, são expostas a uma variedade de condições ambientais e a diferentes tipos de carregamentos mecânicos. A temperatura, a umidade relativa do ar e a radiação ultravioleta são os principais agentes atmosféricos causadores de ataques ambientais (CÂNDIDO, 2001; MORGAN, 2005; MATHEWS; SWANSON, 2007).

A combinação de umidade e variação na temperatura por longos períodos causam efeitos ambientais nos compósitos poliméricos de maneira irreversível, devido à afinidade da água por grupos funcionais específicos presente em matrizes poliméricas de natureza polar. Geralmente, quando o compósito polimérico é exposto a esses efeitos ambientais, ocorrem alterações destrutivas na interface reforço/matriz, devido à degradação das interações físico-químicas existentes entre a resina e a fibra. Em conseqüência, ocorre o descolamento da fibra, conduzindo à deterioração das propriedades mecânicas do compósito (MALLICK, 1993; CUNHA, 2004; COSTA; REZENDE; ALMEIDA, 2006).

Os projetos de estruturas que utilizam materiais poliméricos como matéria-prima, requerem um conhecimento detalhado do comportamento da fratura do material e dos modos de falha do componente. A propagação das trincas em um compósito não é simples como acontece nos metais, e sim uma zona de danos caracterizada por trincas

na matriz, quebras das fibras e delaminação (TSAI, 1980; PURSLOW, 1981; MASTERS, 1987).

A busca por palavras-chave sobre fractografia quantitativa de compósitos resulta na constatação que há grande interesse, mas com uma expressão ainda pequena, na adaptação de técnicas adequadas para o estudo de compósitos de matriz polimérica e fibras longas. Hull (1999) descreve os micromecanismos envolvidos na fratura destes materiais usando uma abordagem qualitativa, apresentando sistematicamente as relações entre as características de construção dos compósitos e o caminho de propagação das trincas, e suas implicações sobre a tenacidade.

As superfícies da fratura são, de modo geral, bastante rugosas. A partir deste princípio, é reconhecido que a geometria fractal freqüentemente se aplica a estas superfícies, uma vez que também apresentam auto-similaridade em uma larga escala de ampliação. Por esta independência quanto à escala de investigação, ao contrário das medidas diretas de rugosidade, a dimensão fractal é, hoje, o parâmetro dimensional mais pesquisado para a caracterização de relevos (RUSS, 1994).

1.2 Objetivo

O presente trabalho tem como objetivo avaliar se as regiões de relevo formadas pelos diferentes mecanismos de propagação de trincas na fratura de compósitos termorrígidos, carbono/epóxi, podem ser relacionadas a diferentes valores de dimensão fractal, correspondendo à sua influência sobre a tenacidade, testando e, eventualmente, ampliando os conceitos do modelo de Mecholsky para materiais compósitos.

2 COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

2.1 Introdução

Os compósitos são formados pela combinação de dois ou mais materiais, que quando juntos apresentam propriedades superiores às que possuem individualmente. Geralmente, são compostos por um reforço envolvido por uma matriz. Estes componentes podem ser fisicamente identificados, apresentando entre eles uma interface (MIRACLE; DONALDSON, 2001).

Esta classe de materiais apresenta um excelente desempenho estrutural, com altos índices de resistência e rigidez por unidade de peso; elevado amortecimento estrutural; resistência a vários tipos de corrosão; boa tenacidade à fratura em muitos casos; e, quando comparados às ligas metálicas estruturais são bem mais leves (HULL; CLYNE, 1996). Estas características permitem a utilização dos compósitos na indústria aeronáutica, atendendo às crescentes exigências em serviço das aeronaves, e também em aplicações nas áreas espacial, automobilística, náutica e biomédica.

O reforço, fase descontínua do compósito, tem a função de dar resistência ao material, sustentando as cargas recebidas que são distribuídas pela matriz. Os principais reforços são as fibras, os enchimentos, os whiskers e os flocos, sendo que as de maior interesse são as fibras devido à facilidade de receber a carga transferida pela matriz.

A matriz, fase contínua do compósito, tem a função de sustentar o reforço, protegê-lo da abrasão e distribuir a carga recebida pelo material. Há vários tipos de matrizes, destacando-se as matrizes poliméricas, metálicas, cerâmicas e vítreas e matrizes de carbono ou grafite. As matrizes poliméricas são divididas em dois grupos: os polímeros termorrígidos e os polímeros termoplásticos.

2.2 Fibras de Carbono

As fibras ou filamentos são os elementos de reforço dos compósitos que suportam carregamento mecânico, porque apresentam menor número de defeitos do que em sua forma mássica. Entretanto, as fibras não possuem utilidade estrutural se não forem aglutinadas por uma matriz. As fibras de reforço mais utilizadas em compósitos de matriz polimérica são as fibras de carbono, fibra de vidro-E e fibras de aramida (WALSH, 2001; LEVY NETO; PARDINI, 2006).

As fibras de carbono possuem pelo menos 92% de carbono em sua composição, sendo que são manufaturadas pela pirólise controlada de precursores orgânicos na forma de fibras. Os materiais precursores mais utilizados são: a poliacrilonitrila (PAN), a celulose (rayon) e o piche, sendo que aproximadamente 90% dos materiais utilizados na preparação das fibras são PAN, pois esta matéria-prima oferece a possibilidade de controle das reações físico-químicas envolvidas (BOTELHO, 2002). As propriedades das fibras de carbono dependem de sua estrutura. Os principais aspectos estruturais são os graus de cristalinidade, o espaçamento entre as camadas, a textura e a orientação das camadas de carbono.

As propriedades das fibras de carbono que a tornam atrativa são as seguintes: baixa massa específica (1,5 a 1,8 g/cm³), alto módulo de elasticidade (200 a 600 GPa) e resistência (acima de 3 GPa), baixo coeficiente de expansão térmica (-0,6 x 10^{-6}), estabilidade química, biocompatibilidade, alta condutividade térmica, disponibilidade em formato contínuo e custo reduzido. Sendo que as principais desvantagens são a anisotropia e a baixa deformação que sofrem antes de romper (CHUNG, 1994).

As fibras de carbono apresentam problemas de adesão por serem inertes, resultando em falha de cisalhamento interlaminar e, também, apresentam propriedades de compressão inferiores quando comparadas às propriedades de tração. Entretanto, este problema pode ser resolvido a partir da realização de um tratamento superficial adequado. O tratamento da fibra de carbono pode ser realizado por meio de métodos químicos, pela ação de substâncias oxidantes, oxidação eletroquímica ou anódica ou métodos que envolvem tratamentos térmicos. O método mais freqüentemente utilizado em escala industrial, com resultados satisfatórios, é a oxidação anódica ou

eletroquímica e os métodos que envolvem tratamentos térmicos. O que basicamente ocorre neste processo é a formação de grupos superficiais ativos, que se ligam quimicamente à matriz polimérica.

2.2.1 Tecidos

As fibras quando usadas como reforço em materiais compósitos podem ser, em relação à orientação, unidirecionais ou multidirecionais e, em forma de fita ou tecido.

As fibras de carbono por serem flexíveis podem ser tecidas formando uma tela, sendo que, posteriormente, são processadas e impregnadas pela matriz, seja através de pré-impregnados ou por infusão em resina líquida (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

O tecido é formado por cabos de filamentos de fibras entrelaçadas em duas direções perpendiculares entre si, onde os cabos na direção do comprimento e paralelos a direção de carregamento (0°) recebem o nome de urdume, enquanto que, os cabos perpendiculares a estes (90°) recebem o nome de trama. Os pontos na tela onde os cabos de urdume e os da trama formam um ângulo de 90° são chamados de sítios intersticiais (Figura 1).



Figura 1 – Ilustração de um tecido com indicações de urdume, trama e sítios intersticiais.

Há uma grande variedade de tipos de telas, sendo as mais usadas apresentadas na Figura 2. A configuração de tela de tecido denominada plano (Figura 2a) é a mais simples de todos os tecidos de reforço estrutural, onde cada cabo de urdume passa alternadamente acima e abaixo de cada cabo da trama. O tecido tipo plano possui um maior número de entrelaçamentos por unidade de área, e conseqüentemente, uma grande quantidade de sítios intersticiais, que faz com que haja uma redução na rigidez e resistência do compósito, já que as regiões ao redor dos sítios acabam sendo ricas em resina e há a presença de vazios (Figura 3) (LEVY NETO; PARDINI, 2006; GREENHALGH, 2009).



Figura 2 - Geometria de tecidos: (a) plano; (b) "basquet"; (c) "twill"; (d) "satin" (GREENHALGH, 2009).

Os filamentos de fibras que compõem os cabos reduzem as propriedades mecânicas no plano, principalmente sob carregamento de compressão, embora os compósitos com fibras em tecido tenham maior resistência a delaminação do que os compósitos unidirecionais (GREENHALGH, 2009).



Figura 3 – Imagem de um sítio intersticial com excesso de resina e a presença de vazios.

2.3 Matrizes poliméricas termorrígidas

Os polímeros termorrígidos se tornam duros e rígidos sob aquecimento, sendo que esse fenômeno não se perde com o resfriamento. Uma vez que estejam curados, por meio de uma reação química, os polímeros termorrígidos não podem ser fundidos e reenformados, pois se degradam e decompõem-se, tornando sua reciclagem impossível de ser feita, sendo isto uma grande desvantagem no uso deste material. Algumas vantagens do uso deste material são as seguintes: estabilidade térmica, rigidez, estabilidade dimensional, resistência à fluência e à deformação sob carga, baixo peso e boas propriedades de isolamento térmico e elétrico (MIRACLE; DONALDSON, 2001; CUNHA, 2004).

As resinas termorrígidas mais comumente usadas são as resinas epóxi, poliéster e fenólica. A resina epóxi é um termorrígido de alto desempenho, que possui pelo menos dois grupos epóxi terminais por molécula e é convertida em termorrígida por meio de um agente de cura. O termo epóxi refere-se a um grupo químico formado por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono (Figura 4) (MAY, 1988; HIPÓLITO, 2005). Dependendo da estrutura química da resina, do agente de cura e do reagente modificador é possível obter maiores valores de tenacidade, resistência química, alta resistência mecânica e dureza, resistência elétrica e térmica melhorada (BOYLE; MARTIN; NEUNER, 2001). Os sistemas epóxi depois de curados apresentam resistência à tração entre 40 e 90 MPa, enquanto que o módulo de elasticidade varia de 2,5 a 6,0 GPa, com deformação de ruptura na faixa de 1 a 6% (LEVY NETO; PARDINI, 2006). Estes polímeros apresentam alta adesão que é uma conseqüência da polaridade dos grupos éteres e hidroxilas alifáticas, constituindo-se de uma cadeia da resina inicial e da rede do sistema curado. A polaridade existente nestes grupos serve para criar forças de interação entre a molécula epóxi e a superfície adjacente a ela, otimizando o seu uso como adesivo e revestimento. A existência desses grupos polares na resina epóxi minimiza problemas relativos à interface reforço/matriz, quando esta é utilizada como matriz em compósitos (MIRACLE; DONALDSON, 2001; PASSOS, 2002).



Figura 4 - Fórmula estrutural do grupo epóxi (MAY, 1988).

2.4 Matrizes poliméricas termoplásticas

Os polímeros termoplásticos não endurecem permanentemente e se tornam moles e deformáveis sob aquecimento, podendo ser conformados várias vezes. Possuem alta resistência à fadiga, maior facilidade na execução de reparos e, principalmente, possibilidade de serem reciclados (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

Quando comparados aos polímeros termorrígidos, os termoplásticos apresentam algumas vantagens como maiores valores de rigidez e resistência ao impacto, temperatura de serviço mais elevada, grande versatilidade na produção em série e, principalmente, maior tenacidade à fratura que pode atingir até 5 kJ/m², enquanto que os termorrígidos atingem no máximo 300 J/m². As propriedades dos termoplásticos são influenciadas pelo grau de cristalinidade, pela morfologia e pela orientação da rede polimérica (TSAI, 1980)

Vários polímeros são utilizados na obtenção de compósitos poliméricos termoplásticos, destacando-se o PEI (poli(éter-imida)), o PPS (poli(sulfeto de fenileno)), poliamidas, entre outros. As poliamidas são escolhidas para uso em processos industriais por possuírem baixo custo e serem de fácil manuseio, além de apresentarem boas propriedades físicas e mecânicas, tais como: grande resistência à abrasão, baixo coeficiente de atrito, resistência ao impacto e resistência a solventes (MIRACLE; DONALDSON, 2001; BOTELHO; REZENDE, 2002).

2.5 Pré-impregnados

Pré-impregnado é o termo usado a todo produto intermediário, que está pronto para moldagem, sendo definido como uma mistura ou composição de fibras de reforço com um determinado polímero, termorrígido formulado ou termoplástico, em uma particular fração em massa (PARDINI; PERES, 1996).

Os pré-impregnados são materiais que possuem alta qualidade e estão prontos para o processamento, oferecendo uma combinação de consistência e processabilidade devido à quantidade controlada de resina no material (CHUNG, 1994; COSTA; REZENDE; ALMEIDA, 2006).

A matriz polimérica e as fibras de reforço, tanto na forma de tecido como em fitas unidirecionais, são a matéria-prima básica usada na produção de préimpregnados. No caso de pré-impregnados manufaturados com matriz termorrígida, a resina apresenta-se parcialmente polimerizada, em estágio de cura conhecido como estágio B. Neste estágio, a reação de reticulação já foi iniciada em diferentes pontos da matriz polimérica e o material se encontra susceptível ao ataque de solventes orgânicos, tais como acetona. Nesta situação, o pré-impregnado deve ser armazenado a -18 °C para que ocorra a desaceleração do processo de polimerização, tendo, portanto, tempo de estocagem limitado, geralmente seis meses. Após a reação de reticulação da matriz polimérica em uma temperatura adequada, denominada reação de cura, a matriz atinge o estágio C tornando o material insolúvel e infusível (OLIVIER; COTTU; FERRET, 1995; COSTA, 2002; SILVA, 2005).

O processo de cura de uma matriz polimérica é considerado como sendo o ponto principal para a fabricação de compósitos poliméricos, que são feitos a partir de sistemas pré-impregnados, onde a matriz encontra-se em um estágio intermediário ao de cura. Sendo assim, o ciclo de cura do material deve ser estudado para que se consiga controlar a qualidade final do compósito, associando estas informações aos parâmetros de processo, tais como tempo, temperatura e pressão, assim como a seqüência nas quais essas são combinadas (CÂNDIDO; ALMEIDA; REZENDE, 2000). O uso inadequado de um ciclo de cura, durante o processamento de um laminado, pode ocasionar a formação de regiões com distribuição heterogênea de resina e reforço, e ainda, a formação de vazios e microtrincas (COSTA; REZENDE; BOTELHO, 2005).

2.6 Interface reforço/matriz

A interface em um compósito pode ser definida como sendo a superfície de união entre o reforço e a matriz. Muitos fenômenos importantes podem acontecer nesta região, dependendo de sua estrutura e das forças geradas, sendo que estes processos tendem a promover deformação plástica da matriz e podem, também, influenciar o início e a natureza da falha (HULL; CLYNE, 1996). A interface é a região onde parâmetros do material, tais como concentração, módulo de elasticidade, densidade, coeficiente de expansão térmica, entre outros, mudam de um componente para o outro (CHAWLA, 1998). O comportamento de um compósito é o resultado do comportamento combinado entre reforço, matriz e interface. Para que se processe uma efetiva transferência de tensões da matriz para o reforço quando o compósito é solicitado, é necessário que a interface reforço/matriz apresente um alto valor de resistência ao cisalhamento interfacial. Sendo que este valor também irá afetar o valor da tenacidade à fratura (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

A área interna da superfície ocupada pela interface nos compósitos é bem extensa, sendo que em compósitos que utilizam fibras como reforço a relação entre área e volume pode ser de até $3000 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$. A interface entre a fibra e a matriz é muito rugosa, assumindo o mesmo perfil de rugosidade da fibra. Em compósitos de matriz polimérica, um íntimo contato a nível molecular, entre a fibra e a matriz, ativa forças intermoleculares podendo causar ou não uma ligação química entre os componentes (CHAWLA, 1998).

Os componentes de um compósito são, geralmente, escolhidos isoladamente baseados em suas características mecânicas e físicas, porém é importante mencionar que o sistema raramente estará em equilíbrio termodinâmico. Sendo assim, haverá uma força dirigida para algum tipo de reação interfacial entre os dois componentes do compósito, conduzindo o sistema para um estado de equilíbrio termodinâmico (CHAWLA, 1998).

2.7 Comportamento elástico dos compósitos

Os materiais utilizados para fins estruturais, previstos em projetos, são solicitados apenas no regime elástico, onde as deformações são reversíveis, ou seja, todas as alterações geométricas que o material venha a sofrer, devido ao carregamento, deixam de existir quando estes são retirados. Alguns conceitos, como tensões, deformações e módulo de elasticidade, são necessários para entender como o regime elástico se comporta (FRANCO, 2003; GREENHALGH, 2009).

O comportamento elástico de compósitos é baseado na premissa que o material pode ser tratado como se fosse composto de placas paralelas de dois constituintes unidos, com espessura proporcional entre a matriz e a fibra, levando em consideração a fração volumétrica de ambas. Quando uma força é aplicada na direção de alinhamento da fibra, os componentes do material, matriz e fibra, sofrem uma mesma deformação (ϵ), sendo válido somente quando este carregamento é ao longo do eixo da fibra e não há deslizamento interfacial. Para compósitos em que as fibras são mais duras que a matriz ($E_{fibra} >> E_{matriz}$), o reforço está sujeito a tensões maiores que a matriz ($\sigma_{fibra} >> \sigma_{matriz}$) e há uma redistribuição da carga (HULL; CLYNE, 1996).

A Figura 5 apresenta o gráfico tensão x deformação para um material compósito, sob carregamento longitudinal uniaxial, formado por uma fibra frágil e uma matriz dúctil. Analisando-se separadamente, verifica-se que a fibra possui maior resistência mecânica e rigidez do que a matriz, enquanto que esta apresenta maior ductilidade. Do início do carregamento até o ponto ε_e há uma deformação elástica tanto da matriz como da fibra, enquanto que a partir deste ponto a matriz sofre deformação plástica e a fibra continua deformando elasticamente. A diferença de resistência existente entre a fibra e a matriz faz com que o compósito tenha um comportamento linear, com uma pequena inclinação na parte final da curva. A falha do compósito não é catastrófica porque nem todas as fibras falham ao mesmo tempo (GREENHALGH, 2009).



Figura 5 - Comportamentos tensão x deformação do material compósito.

O valor do módulo de elasticidade (E) quantifica a rigidez de um material, sendo que quanto maior é o seu valor mais esforço é necessário para deformar um material. Os filamentos de fibras de carbono, que possuem as ligações covalentes dispostas em orientações muito próximas de seus eixos axiais, são exemplos de materiais muito rígidos, porém com significativa leveza (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

Um compósito laminado, formado por diversas lâminas, apresenta estado de tensão plana no interior do material, nas regiões fora das bordas, quando as componentes de tensão normais ao plano xy são nulas ($\tau_{xy} = \tau_{yz} = \sigma_{zz} = 0$). Isso ocorre quando da utilização de placas finas. Enquanto que, nas bordas livres ou próximas a elas, estendendo uma distância aproximadamente igual à espessura do laminado, existe um estado de tensão tridimensional. Sendo que, em certas circunstâncias, pode haver nas extremidades do laminado muitas tensões interlaminares que podem causar uma delaminação ou uma trinca na matriz e assim causar uma falha no material (CHAWLA, 1998).

2.8 Condicionamento higrotérmico

Os efeitos ambientais causados pela temperatura e umidade relativa do ar (efeito higrotérmico) podem ser reversíveis quando o período de exposição é de curta duração. Porém, quando a exposição ocorre em ciclos prolongados, onde a combinação da umidade com mudança de temperatura está presente, os efeitos produzidos são irreversíveis devido à afinidade da água por grupos funcionais específicos de matrizes poliméricas de natureza polar. Nesse caso, geralmente ocorrem alterações destrutivas na interface reforço/matriz polimérica, devido à degradação das prováveis interações físico-químicas existentes entre a resina e a fibra. O material pode sofrer deformação tanto com as mudanças de temperatura como pela absorção da umidade. A matriz, do compósito, é muito mais susceptível a deformação higrotérmica do que a fibra, sendo que, quanto maior for a polaridade da matriz maior será sua capacidade de absorção de água. Em um compósito unidirecional, a deformação higrotérmica é maior na direção transversal do que na longitudinal. Esta anisotropia na

deformação é resultado da presença de tensões residuais nas lâminas de compósito, devido à multidirecionalidade da fibra que impede a deformação livre (TSAI; HAHN, 1980).

As propriedades mecânicas estáticas dos compósitos podem sofrer alterações com a temperatura e umidade. As lâminas do compósito ao absorverem água podem causar plasticização reversível ou irreversível da matriz. Quando combinados com o efeito da temperatura, estes fatores podem causar mudanças na tenacidade da matriz, diminuindo a resistência da lâmina. A plasticização reduz as tensões residuais e aumenta a viscoelasticidade. Quando a água absorvida pelo sistema é combinada com tensões internas e externas, devido a carregamentos ou efeitos termoelásticos, causa danos internos ao material, tais como formação de trincas na matriz, descolamento interfacial ou degradação química das fibras (COSTA; REZENDE; ALMEIDA, 2005).

As matrizes termorrígidas são muito mais sensíveis às mudanças higrotérmicas do que as termoplásticas. Como exemplo de matriz termorrígida pode ser citado a resina epóxi que dilata e contrai quando há variação de temperatura e também quando absorve ou perde umidade. Este efeito pode degradar as propriedades físicas, químicas e mecânicas da matriz, assim como provocar tensões residuais e deformações na lâmina (LEVY NETO; PARDINI, 2006). O comportamento higrotérmico afeta não somente a estabilidade dimensional, mas também a segurança da estrutura.

Os compósitos termoplásticos que utilizam a poliamida como matriz podem apresentar alguns problemas decorrentes da presença da umidade. A água pode atacar quimicamente a matriz resultando na sua degradação hidrolítica, causando um decréscimo das propriedades mecânicas do compósito (BOTELHO; SCHERBAKOFF; REZENDE, 2002).

Em materiais compósitos poliméricos há, durante o processo de manufatura, a formação de defeitos conhecidos como vazios. Estes são formados pelo aprisionamento do ar durante a formulação da resina e, também, devido à umidade absorvida durante o processamento e armazenamento. Os vazios afetam as mesmas propriedades que o condicionamento ambiental, tais como diminuição da resistência e vida em fadiga, e torna o material mais susceptível à penetração de água. Além de facilitar a absorção de umidade, os vazios também podem gerar caminhos por onde o

ar alcança as fibras de carbono, resultando ou em oxidação das fibras ou degradação da interface fibra-matriz (COSTA; REZENDE; ALMEIDA, 2006).

2.9 Condicionamento ultravioleta

Uma das principais fontes de radiação ultravioleta (UV) é o sol, que incide na superfície da Terra com comprimentos de onda entre 290-400 nm. A energia fornecida pelos fótons UV é comparável a energia de dissociação de ligações covalentes dos polímeros, que são normalmente entre 290-460 kJ/mole (PILLAY, et al., 2009).

A maioria dos polímeros absorve a radiação solar UV, que causa reações no material, tendo como resultado sua degradação. Sendo assim, os materiais compósitos de matriz polimérica são susceptíveis a esta degradação devido à natureza de sua matriz e sua importância na determinação das propriedades deste material (LIAU; TSENG, 1998).

Os fótons UV absorvidos pelos polímeros resultam em reações foto-oxidativas que alteram a estrutura química do material, resultando em sua degradação. Normalmente, estas reações químicas causam cisão (quebra) das cadeias e/ou formação de ligações cruzadas. Quando ocorre a quebra da cadeia há uma redução da massa molar do polímero, resultando em uma diminuição da resistência mecânica do material, enquanto que a ligação cruzada causa um aumento da fragilidade do material, podendo resultar no surgimento de micro-trincas (KUMAR et al., 2002; PILLAY et al., 2009).

Quando os compósitos poliméricos reforçados com fibras ficam expostos à radiação UV por curtos períodos de tempo, sofrem, somente, mudanças na morfologia de suas superfícies. No entanto, exposições extensas a radiação UV podem afetar a matriz dos compósitos, degradando-a e alterando suas propriedades, tais como resistência ao cisalhamento interlaminar e dureza que podem diminuir de valores. As propriedades dominantes das fibras, tais como módulo de tração e resistência à tração, não são afetadas significativamente, especialmente no caso de compósitos reforçados com fibra de carbono (KUMAR et al., 2002).

Quando a radiação ultravioleta atinge a estrutura molecular do polímero esta pode causar quebras das ligações carbono-carbono na cadeia polimérica. Além disso, moléculas de ozônio podem formar-se e criar ligações de apenas um átomo de oxigênio entre as cadeias poliméricas, aumentando a rigidez e a fragilidade do material. É observado normalmente que a degradação de um polímero exposto a altos níveis de radiação ultravioleta (UV) é mais intensa em sua superfície, mas diminui rapidamente no interior da amostra.
3 FRATURA EM MATERIAIS COMPÓSITOS

Propriedades como alta resistência e baixa massa específica estão, cada vez mais, sendo solicitados em aplicações industriais, principalmente na indústria aeronáutica e, sendo assim, os compósitos poliméricos tem sido escolhido para estas aplicações.

Os projetos de estruturas que utilizam materiais poliméricos como matéria-prima, requerem um conhecimento detalhado do comportamento da fratura do material e dos modos de falha do componente (PURSLOW, 1981).

3.1 Propagação de trincas em compósitos

Materiais compósitos são, por definição, heterogêneos em uma escala macroscópica. A propagação das trincas em um compósito não é simples como acontece nos metais, e sim uma zona de danos caracterizada por trincas na matriz, quebras das fibras e delaminação. Estes vários modos de falha interagem e podem ocorrer simultaneamente ou sequencialmente (MASTERS, 1987; TSAI, 1980). As trincas na matriz e as quebras das fibras dependem das propriedades de resistência dos constituintes, enquanto que a delaminação pode ser causada por anomalias durante a fabricação (seqüência de empilhamento das camadas ou processo de cura inadequado) ou impactos que podem ocorrer em serviço. A falha final do compósito é provocada pela progressão do carregamento e acúmulo de danos ou falhas locais presentes no material (CUNHA, 2004; SLEIGHT, 1999).

Estados de tensões internos são desenvolvidos nos laminados de compósitos quando estes estão sendo curados e, também, quando uma carga é aplicada, como representado na Figura 6. As tensões de tração paralelas às fibras (σ_1) geram uma fratura tanto da fibra como da matriz, sendo que esta fratura é na direção normal em relação à fibra. Sob tensões de tração transversal (σ_2) e de cisalhamento (τ_{12}) a fratura pode ocorrer somente no interior da matriz ou na interface fibra/matriz, o que faz com que o valor destas tensões seja maior quando comparado com as tensões de tração axial (HULL, 1996). Estas falhas são classificadas como falhas no plano (*in-plane*),

devido às tensões estarem sendo aplicadas somente no plano e levando em consideração o sítio de nucleação da falha.



Figura 6 – Tensões aplicadas no compósito: (a) tensão de tração axial σ_1 , (b) tensão de tração transversal σ_2 e (c) tensão de cisalhamento τ_{12} (HULL, 1996).

A fibra e a matriz, geralmente, têm diferentes valores de deformação na fratura. Quando o componente que tem menor deformação quebrar, por exemplo, uma fibra frágil ou uma matriz cerâmica, a carga suportada por este componente é transferida para o outro componente. Se o componente de maior deformação na fratura suportar a carga adicional, então o compósito apresentará múltiplas fraturas no componente frágil (CHAWLA, 1998).

Outra classificação que pode ser dada ao modo de falha é fora do plano (*out-of-plane*), podendo ser delaminação, descolamento e arrancamento das fibras (efeito pullout). A delaminação é, por definição, o desenvolvimento de trincas na matriz em direção à interface da lâmina, sendo este fenômeno responsável pelo maior número de falhas que ocorre com os compósitos laminados. As causas da delaminação podem ser atribuídas a defeitos induzidos durante o processo de manufatura, ou gerados nos

elementos estruturais durante a vida em serviço do material devido às tensões interlaminares e de cisalhamento (KELLY; HALLSTRÖM, 2005; ARGÜELLES et al., 2007). Técnica de caracterização do crescimento da delaminação considera este processo como um mecanismo de crescimento estável da trinca, onde se pode aplicar a mecânica da fratura linear elástica (MFLE) para descrevê-lo. Neste caso, os campos de tensões na ponta da trinca podem ser divididos em três modos de carregamento que envolvem diferentes deslocamentos da superfície da trinca (Figura 7). O modo I é o modelo de abertura ou carregamento de tração, onde as superfícies da trinca se movem na direção da aplicação da força. No modo II, deslizamento ou cisalhamento, as superfícies da trinca escorregam uma sobre a outra, enquanto que no modo III, rasgamento, as superfícies da trinca se movem em direções opostas, paralelas à borda dianteira da trinca (KERLINS, 1987; MASTERS, 1987; O'BRIEN, 2001).



Figura 7 – Modos básicos de carregamento envolvendo diferentes deslocamentos das superfícies das trincas (MASTERS, 1987).

O crescimento da delaminação, geralmente, resulta em uma perda da resistência e da dureza nos componentes que formam o compósito, conduzindo a uma falha no material. Quando analisada em um microscópio, a fratura de um compósito causada por delaminação é caracterizada por descolamento da fibra e da matriz, pela deformação e fratura da resina e pelo arrancamento das fibras (Figura 8) (MASTERS, 1987; CHAWLA, 1998; ARGÜELLES et al., 2007).



Figura 8 – (a) esquema de quebra das fibras (*pullout*) e descolamento e (b) imagem microscópica da fibra arrancada em um compósito (CHAWLA, 1998).

Os laminados compósitos possuem uma construção anisotrópica e, devido a isso, as fraturas nestes materiais podem ocorrer de várias maneiras, sendo que os tipos e os modos de falha estão diretamente relacionados com a direção de aplicação da força e a orientação das fibras. As fraturas em compósitos reforçados com fibras contínuas podem ser divididas em três tipos: interlaminar, intralaminar e translaminar, conforme apresentado na Figura 9. Esta classificação descreve o plano da fratura levando em consideração os constituintes microestruturais do material (SMITH, 1987; GREENHALGH, 2009).

As fraturas interlaminares são aquelas orientadas entre as camadas do laminado, enquanto que nas intralaminares as falhas ocorrem internamente às camadas. Porém, ambas ocorrem no plano do laminado, fraturando principalmente a matriz, com pouca ou nenhuma fratura da fibra. As fraturas translaminares são aquelas orientadas transversalmente ao plano do laminado, causando fratura da fibra. Geralmente, um componente danificado apresenta um ou mais desses três tipos de fratura (SMITH, 1987; FRANCO, 2003).



Figura 9 - Diferentes planos de separação em compósitos de fibras contínuas (GREENHALGH, 2009).

A falha que ocorre devido à tração transversal interlaminar começa nas inclusões e se espalha radialmente por todo o material, como apresentado na Figura 10, sem qualquer preferência de direcionamento da trinca. Em compósitos, os padrões radiais ondulados podem ser vistos por meio das pontas das fibras quebradas. Em materiais que apresentam a adesão fibra/matriz mais resistente que a resina ao redor da fibra, a fratura na resina deixa uma camada de matriz sobre as fibras. Enquanto que em materiais com fraca adesão fibra/matriz, a superfície da fratura pode apresentar preferencialmente fibras descoladas e impressões dessas fibras descoladas na matriz (SMITH, 1987; O'BRIEN, 2001; CUNHA, 2004; KATERELOS et al., 2008).

Quando aplicadas tensões de cisalhamento, a falha no compósito ocorre por cisalhamento interlaminar das camadas ao longo do plano horizontal. A aparência macroscópica desta falha é sem brilho, de formato arredondado e esbranquiçado. Para o caso da falha interlaminar, a fratura tende a ocorre na região rica em resina entre as lâminas (SMITH, 1987; FRANCO, 2003).



Figura 10 - Esquema de falha por tração interlaminar sem concentração de tensão (SMITH, 1987).

3.2 Micromecanismos de fratura e aspectos fractográficos

Um dos principais objetivos da fractografia é analisar as características da fratura e buscar uma relação entre a topografia da superfície fraturada e as causas ou mecanismos básicos que a geraram (KERLINS, 1987; HULL, 1999; O'BRIEN, 2001).

Dependendo do tipo de carregamento ao qual está sendo submetido o material é gerado um tipo específico de superfície de fratura. No caso de carregamento por tração, por exemplo, a superfície da fratura pode apresentar efeitos de arrancamento de fibras (efeito pullout), enquanto que o carregamento por cisalhamento interlaminar pode gerar delaminações no material (PINHO; ROBINSON; IANNUCCI, 2006).

Os materiais compósitos apresentam diferentes tipos de falhas e os principais aspectos fractográficos encontrados na superfície da fratura são as regiões espelhadas (mirror), névoa (*mist*) e crista de galo (*hackle*), conforme apresentado na Figura 11 (HULL, 1999).

Estas três regiões são reconhecidas em função da rugosidade que apresentam quando observadas em um microscópio óptico (Figura 11), sendo esta um resultado direto do caminho de propagação da trinca. No início do crescimento da trinca, onde ocorre a propagação da trinca em baixa velocidade, é produzida uma superfície de fratura homogênea, de aspecto liso, denominada região espelhada (*mirror*). Esta região

é cercada por outra região ligeiramente rugosa e menos reflexiva, onde a propagação da trinca aumenta de velocidade, denominada de névoa (*mist*). Por fim, a região de névoa se funde em uma região com uma rugosidade elevada e grande irregularidade na orientação das facetas, geradas devido à alta velocidade de propagação da trinca, chamada de crista de galo (*hackle*). Estas facetas são separadas por grandes degraus, que estão alinhados paralelos à direção de propagação da trinca (HULL, 1999; FRANCO, 2003).



Figura 11 – Região espelhada, névoa e crista de galo: (a) imagem microscópica e (b) imagem esquemática (HULL, 1999).

A Figura 12 mostra como a região crista de galo é formada. Neste caso, a trinca se propaga da esquerda para a direita, perpendicular ao campo inicial de tensões (Figura 12a). A trinca não consegue rotacionar toda de uma vez em resposta à direção de aplicação da força e, então, é quebrada em pequenas partes, em segmentos desconectados, conforme Figura 12b. Há um avanço lateral entre estes segmentos, com uma ligação entre eles, que pode ser feita tanto pelo topo como pela base (QUINN, 2007). Uma explicação para este efeito está na mudança do campo de tensões na região da ponta da trinca, sendo que, conforme a tensão aumenta e mais

energia é liberada, maior atividade micromecânica é produzida nesta região, resultando em um aumento progressivo da rugosidade (HULL, 1999).



Figura 12 – Esquema de formação da crista de galo (*hackle*): (a) propagação de trinca perpendicular ao campo inicial de tensões e (b) quebra da trinca (QUINN,2007).

Algumas características importantes dos fenômenos espelho, névoa e crista de galo, podem ser identificadas:

- mudanças na aparência da superfície da fratura são associadas com um aumento na rugosidade da superfície;

- as transições entre as regiões espelhadas e névoa e entre névoa e crista de galo não são agressivas, envolvendo mudanças progressivas na rugosidade; e,

- as mudanças na rugosidade são seqüenciais e estão associadas às mudanças no comprimento da trinca (HULL, 1999).

As fraturas de tração em modo I são, normalmente, produzidas paralelas à direção das fibras, tendo como resultado falha da matriz frágil, gerando áreas planas na superfície da fratura. Estas áreas apresentam marcas de rio que, assim como os metais, correspondem a fraturas salientes formadas por pequenos planos deslocados. Como a propagação da trinca continua, os planos deslocados se unem resultando na coalescência destas estruturas salientes para formar um padrão de marcas de rio. A direção da coalescência destes planos pode ser usada para definir a direção de propagação da trinca (Figura 13a) (SMITH, 1987; O'BRIEN, 2001). As falhas por tração, analisadas macroscopicamente, apresentam uma superfície muito plana na direção da fibra ou onde a falha ocorre, com uma aparência escura e semi-opaca (PURSLOW, 1986).



Figura 13 – Tipos de falhas em compósitos com reforço de fibras. (a) falha interlaminar por tração, marcas de rio na superfície da fratura; (b) falha interlaminar por cisalhamento, cristas de galo na superfície da fratura (SMITH, 1987).

Quando ocorre a separação final do compósito, ocasionada por tensão de cisalhamento, em uma das superfícies separadas observa-se a existência de cristas de galo (Figura 13b), enquanto que na superfície oposta são encontradas áreas côncavas. Em materiais compósitos multidirecionais, a falha interlaminar por cisalhamento acontece, preferencialmente, entre as camadas com diferentes orientações. Além das

cristas de galo, é encontrada uma quantidade considerável de sobras da matriz causadas por abrasão durante o deslizamento dos planos e pela existência de fibras quebradas. A falha por cisalhamento apresenta uma superfície de fratura opaca e esbranquiçada, quando analisada macroscopicamente (SMITH, 1987; PURSLOW, 1986; O'BRIEN, 2001).

Materiais compósitos reforçados com fibras em forma de tecido, quando comparados com laminados unidirecionais, apresentam um valor de tenacidade à delaminação consideravelmente maior. As superfícies de fratura destes materiais são mais sinuosas, devido às ondulações existentes no tecido, que faz com que seja necessária uma maior quantidade de resina entre as camadas.

A Figura 14 mostra como acontece a propagação da trinca em um compósito que utiliza tecido como reforço. Como já mencionado anteriormente, a delaminação preferencialmente se estende paralela às fibras, sendo assim, a trinca se propaga com facilidade através do urdume, pois as fibras, neste caso, estão na mesma direção da propagação da trinca. Porém, as fibras que compõem a trama estão perpendiculares à propagação da trinca e, neste caso, a trinca encontra um impedimento a sua propagação (Figura 14a). Depois de a delaminação ter se estendido ao longo do urdume, encontra um cabo de trama que detém, parcialmente, o seu crescimento. Enquanto isso, parte da delaminação se arrasta ao longo da trama, fazendo com que haja um crescimento parcial da propagação da trinca (Figura 14b). Este processo se repetirá até o fim da delaminação (Figura 14c) (GREENHALGH, 2009).



Figura 14 – Progressão da seqüência de uma frente de delaminação (da esquerda para a direita em cada imagem) em um laminado de tecido plano (GREENHALGH, 2009).

4 FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA

4.1 Conceito de Fractal

Em 1977, um matemático francês de nome Benoit Mandelbrot deu o nome de fractal para os gráficos criados para representar uma série de processos caóticos da natureza. O nome "fractal" veio do adjetivo latim *fractus* e do verbo *frangere*, que significava quebrar, fragmentar (MANDELBROT, 2000).

A definição de fractal é influenciada por seu campo de aplicação, sendo que a principal característica de um objeto fractal é a auto-similaridade, que consiste na manutenção de um padrão de relevo em diferentes escalas (UNDERWOOD; BANERJI, 1987; RUSS, 1994; CHARKALUK; BIGERELLE; IOST, 1998). Alguns exemplos desta auto-similaridade estão presentes na Curva de Peano (Figura 15), na Curva de Koch (Figura 16), entre outras, onde parte da imagem é semelhante a toda ela.



Figura 15 - Curva de Peano.



Figura 16 – Curva de Kock (STACK; CYBO, 2003).

4.2 Dimensão Fractal

Durante muito tempo a geometria euclidiana, considerada a geometria perfeita que se baseia em retas, círculos e planos, tem sido utilizada para descrever todas as formas presentes na natureza. Porém, com a introdução do conceito de fractal surge a geometria fractal que se preocupa com as imperfeições das formas encontradas na natureza (Figura 17). Se antes a geometria euclidiana ao estudar uma montanha a transformava em um cone, com a geometria fractal o que interessa são justamente as imperfeições da montanha (BACKES, 2006).



Figura 17 – Formas irregulares presentes na natureza. (a) couve-flor e (b) folhas de samambaia.

Na geometria euclidiana os objetos são considerados como tendo uma, duas ou três dimensões, sendo o valor da dimensão um indicador da quantidade de espaço que ocupa um objeto. Porém, os fractais não se enquadram nesta classificação e a dimensão fractal surge, então, como uma alternativa de medição desses novos objetos.

A dimensão fractal é caracterizada por números não-inteiros, que indicam o grau de complexidade e irregularidade que o fractal possui, ou seja, o quanto do espaço físico ele ocupa. A geometria irregular apresentada pelo fractal é considerada como a transição entre duas outras geometrias regulares. Sendo assim, uma curva fractal tem uma dimensão entre uma linha reta e um plano (1 < D < 2), enquanto que a superfície fractal de um objeto tem uma dimensão entre um plano e um volume (2 < D < 3) (UNDERWOOD; BANERJI, 1987; RUSS, 1994; HOROVISTIZ, 2000).

O cálculo da dimensão fractal (D) pode ser feito considerando uma linha de comprimento L, que é dividida em N partes iguais, sendo que cada segmento desta reta é u = L/N. De maneira mais geral, esse processo conduz a uma relação do tipo:

$$\mathbf{N} = (\mathbf{L} / \mathbf{u})^{\mathbf{D}} \tag{1}$$

E, se extraindo o logaritmo de ambos os lados da equação (1):

$$D = \underline{\ln(N)}$$

$$\ln(L/u)$$
(2)

Para um objeto compacto e uniforme, D é um número inteiro igual a uma das dimensões da geometria euclidiana, mas para um fractal, tem-se que D é igual a um número fracionário (RUSS, 1994; FALCONER, 1990; CHARKALUK; BIGERELLE; IOST, 1998; BACKES, 2006). A Figura 18 demonstra a construção do chamado floco de neve de Koch, que é construído pela adição progressiva de triângulos simples a um triângulo inicial.



Figura 18 - Construção e medição do floco de neve de Kock (CHARKALUK; BIGERELLE; IOST, 1998).

4.3 Multifractais

Alguns estudos feitos em superfícies de fratura reais mostram que estas não podem ser descritas como um simples fractal auto-similar e com uma única dimensão fractal. Os objetos reais somente apresentam similaridade localmente em uma estreita faixa de ampliação (XIE, et al., 1998; LOPES; BETROUNI, 2009). A Figura 19 mostra um perfil de fratura com diferentes ampliações, onde se pode notar que o perfil

ampliado não é exatamente o mesmo da imagem inicial, tendo somente a mesma aparência qualitativa (STACH; CYBO, 2003).



Figura 19 - Linha de perfil e suas ampliações (STACK; CYBO, 2003).

De acordo com Russ (1994), muitos objetos reais não exibem um mesmo comportamento fractal sobre qualquer faixa de escala de comprimento, sendo possível identificar os limites desta faixa. O limite inferior pode ser estabelecido como sendo uma combinação de fatores de microscopia, tais como ampliação e resolução, e fatores inerentes à natureza do objeto. Enquanto que, o limite superior é o próprio tamanho do objeto (HOROVISTIZ, 2000). Superfícies ou perfis de fratura com diferentes dimensões fractais são caracterizados por diferentes valores, onde muitas vezes a rugosidade diminui em amplitude na medida em que a ampliação é reduzida (ALEXANDER, 1990; RUSS, 1994; STACK, et al., 2003).

Por definição fractais auto-similares são aqueles que mantêm a mesma aparência quando observados em diferentes escalas ou resoluções, obedecendo a uma regra de formação matemática. Já os fractais auto-afins não obedecem a uma regra de formação matemática, sendo estruturas que possuem sua formação governada por uma invariância de escala anisotrópica. Sendo assim, pode-se dizer que as superfícies de fratura são mais auto-afins do que auto-similares, apresentando diferentes propriedades que variam com a ampliação da imagem. Estas superfícies de fratura não podem ser descritas com uma única dimensão, mas sim com um número infinito de dimensões fractais (BALANKIN, 1996; STACH et al., 2000).

Brian Kaye (1989) publicou vários trabalhos relacionados a fractais mistos, onde conseguiu identificar dois segmentos de reta nos gráficos que fazia para cálculo da dimensão fractal. Estes segmentos de reta receberam a denominação de "textural" e "estrutural", de acordo com a posição em que estavam no gráfico. A dimensão "textural" (D_t) corresponde ao coeficiente angular da reta de menor inclinação, onde a escala de ampliação é pequena e descreve um processo físico que controla a rugosidade da superfície. Enquanto que a dimensão "estrutural" (D_s) é dada pela reta de maior inclinação, onde os valores da escala são maiores e as características estruturais do material se emergem (Figura 20) (RUSS, 1994; HOROVISTIZ, et al., 2010).



Figura 20 – Gráfico bifractal – identificação de D_t e D_s.

A multifractalidade também pode ser identificada com o uso de um gráfico, denominado espectro de singularidade ou espectro multifractal, que descreve as propriedades estatísticas de uma estrutura multifractal (Figura 21). Este espectro é representado por uma curva convexa, tendo um único ponto de inflexão, sendo que, quando não há curva sendo somente um ponto é porque o objeto analisado é monofractal. Outra análise que pode ser feita desta curva é quanto à heterogeneidade da superfície analisada, sendo esta medida feita através do espaçamento entre os "braços" da curva. Sendo que, os pontos onde Q > 0 a dimensão fractal descreve uma superfície de fratura mais rugosa, enquanto que para Q < 0 a dimensão fractal descreve uma superfície de fratura mais lisa. Q é um expoente de escala que tem a finalidade de identificar diferentes níveis de ocupação, sendo uma tentativa de evidenciar novas "simetrias" embutidas em sistemas aparentemente distintos (CHHABRA; JENSEN, 1989; XIE, et al., 1998; STACH; CYBO, 2003).



Figura 21 – Espectro de singularidade multifractal.

4.4 Modelo de Mecholsky

As relações entre fratura e fractais tem sido alvo de muitos pesquisadores, sendo que, alguns deles, como Mecholsky (2006) e Carpinteri e Pugno (2005), atribuem valores únicos para a dimensão fractal (D) de fraturas em materiais frágeis. Estes valores de dimensão fractal são assumidos como propriedades dos materiais e são relacionados aos valores de resistência, como a resistência teórica ou a tenacidade à fratura (CARPINTERI; CHIAIA; CORNETTI, 2004). A proposta de Mecholsky é que o movimento não-uniforme na frente da trinca se deve a mudanças na entropia configuracional, que implica na reconfiguração dos eventos de ligação interatômica e conduz a mudanças descontínuas da geometria na ponta da trinca (MECHOLSKY, 2006).

O modelo de Mecholsky se baseia em experimentos realizados de forma a controlar a velocidade de propagação das trincas, mantendo-as sempre muito lentas para que a propagação aconteça de forma estável. Neste modelo, a resistência teórica (σ_t) pode ser calculada em função do módulo de Young (E) e da dimensão fractal (D) da superfície, conforme a equação (3).

$$\sigma_t = E \sqrt{D/2\pi} \tag{3}$$

Modelos para a tenacidade à fratura (K_c) e para a energia de fratura (G_c) também foram propostos por Mecholsky, seguindo sua linha de raciocínio, conforme apresentado nas equações (4) e (5).

$$K_c = K_0 + E \sqrt{a_0 \cdot (D - 2)} \tag{4}$$

$$G_c = G_0 + \frac{a_0 \cdot E \cdot (D-2)}{2}$$
(5)

Sendo a_0 uma dimensão característica relacionada à escala do processo e determinada experimentalmente (WEST et al., 1999). O modelo de Mecholsky limitase a fraturas com comportamento absolutamente frágil, com aspecto "espelho + névoa + crista de galo", com rugosidade progressiva a partir da nucleação de acordo com o crescimento da velocidade de propagação da trinca (PLANGSANGMAS; MECHOLKY; BRENNAN, 1999).

Para criar seu modelo, Mecholsky usou duas amostras para cada tipo de material analisado, sendo que para cada amostra foram feitas de 8 a 10 imagens, com ampliações de 400x e o método usado para medição da dimensão fractal foi o "slit-island" (HILL et al, 2001).

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Material utilizado

Os compósitos termorrígidos utilizados neste trabalho foram fabricados a partir de reforços de fibra de carbono pré-impregnados com matriz de resina epóxi, com a composição aproximada de 60% em volume de reforço e 40% de matriz.

O pré-impregnado utilizado foi fabricado pela empresa Hexcel Composites e doado pela empresa Alltec Ltda para a realização do trabalho, sendo de tecidos de fibras de carbono do tipo plano ("*plain weave*"), com cabos entrelaçados entre si a 0° e 90°, onde estes cabos são constituídos de 3000 filamentos de aproximadamente 7 μ m de diâmetro cada. O processamento deste material foi realizado no Laboratório de Compósitos da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial, localizado em São José dos Campos.

As placas de compósito foram feitas através do empilhamento de várias camadas de pré-impregnado, com a adição de uma folha de alumínio, de aproximadamente 15 µm de espessura, na camada um pouco abaixo da camada central, mais precisamente entre a nona e a décima camada no total de 17 camadas, com o objetivo de criar uma pré-trinca no material (Figura 22).



Figura 22 – Esquema de posicionamento das camadas de pré-impregnado.

Após o empilhamento, o material foi curado em uma prensa com pressão e temperatura controladas, combinada com a ação de vácuo para garantir um acabamento superficial, uma boa resistência e uma distribuição uniforme da resina. A Figura 23 mostra o ciclo de cura real utilizado no processamento do material, sendo que para este caso a pressão foi mantida constante em 0,42 MPa e a temperatura escolhida para cura foi baseada em informações fornecidas pelo fornecedor do pré-impregnado.



Figura 23 – Ciclo de cura real.

5.2 Condicionamento higrotérmico

Para avaliar o efeito ambiental nos compósitos, dez corpos-de-prova foram submetidos ao condicionamento higrotérmico em câmara de climatização, sendo este um teste gravimétrico que controla a alteração do ganho de umidade no material em função do tempo.

As amostras ficaram confinadas no interior da câmara de climatização Marconi modelo MA 835/UR (Figura 24), existente no Laboratório de Condicionamento Ambiental do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, até a saturação da umidade, medida a partir do ganho de massa proveniente do processo de absorção de umidade. Isto foi feito para que se pudesse confrontar o efeito da degradação sobre as propriedades mecânicas, sendo este efeito descrito pelas superfícies de fratura, formado pela atuação diferenciada de micromecanismos.



Figura 24 - Câmara de climatização higrotérmica - Marconi modelo MA 835/UR.

O condicionamento higrotérmico foi feito com base no Procedimento B da norma ASTM D5229-M (ASTM, 2004) para materiais compósitos a serem submetidos a ensaios mecânicos na condição úmida.

Os corpos-de-prova foram expostos à temperatura de 80 °C, com o teor de umidade relativa de 95%, por um período de nove semanas, que é o período para se atingir a saturação da umidade.

5.3 Condicionamento ultravioleta

O condicionamento ultravioleta foi usado com o intuito de avaliar o efeito ambiental causado pela radiação UV, combinada com condições de umidade e calor.

Neste trabalho, dez corpos-de-prova foram submetidos ao condicionamento sob luz ultravioleta, no interior de uma câmara UV Q-Lab QUV/Spray (Figura 25), com exposição à luz UV-A (340 nm), existente no Laboratório de Condicionamento Ambiental do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá. Esta câmara de envelhecimento opera com lâmpada de xenônio de 650 W, com filtros internos e externos de silicato de boro e irradiância de 0,68 W/m^2 a 340 nm, conforme especificado na norma ASTM D4329-05 (ASTM, 2005).



Figura 25 – (a) Câmara de condicionamento UV - Q-Lab QUV/Spray; (b) interior da câmara; (c) posicionamento dos corpos-de-prova.

As amostras, no interior da câmara, foram expostas a ciclos alternados de radiação ultravioleta e de condensação, sendo a duração de cada ciclo de oito e quatro horas, respectivamente. Durante o ciclo de radiação UV, a temperatura no interior da câmara foi de 60 °C, sendo que, esta elevada temperatura é usada para acelerar o processo de degradação do material. Enquanto que, durante o ciclo de condensação, as amostras foram expostas a vapor de água a 50 °C, sendo que, a condensação na superfície da amostra foi conseguida pela evaporação da água e como resultado de 100% de umidade relativa no interior da câmara de envelhecimento (KUMAR, 2002).

Os corpos-de-prova ficaram confinados no interior da câmara por um período de 1200 horas, sendo registradas suas massas antes e depois do período de confinamento, confirmando a perda de massa durante o processo.

5.4 Ensaio DCB

O ensaio de mecânica da fratura DCB (Double Cantilever Beam) é feito a partir de uma amostra de compósito retangular, com espessura uniforme, que contém um material não adesivo inserido na camada central da espessura que serve como um iniciador da delaminação (pré-trinca) (Figura 26). O teste DCB gera uma fratura em modo I, com delaminação interlaminar, sendo este um modo de falha comum e potencialmente perigoso em estruturas de compósitos (ATKINSON; KIELY, 1998; ALIF; CARLSSON; BOOGH, 1998).

Neste teste, como a delaminação cresce a partir do inserto, há uma resistência à fratura (G_I) que em um primeiro momento aumenta e, então, se estabiliza com o crescimento da delaminação. Há duas definições para os valores iniciais de G_I , sendo elas: (NL) desvio de linearidade – ponto onde a delaminação começou a crescer, a partir da pré-trinca, no interior da amostra; e, (VIS) observação visual – primeiro ponto em que a delaminação é visualmente observada, sendo que, para compósitos de matriz frágil NL é igual a VIS (ASTM, 2007).



Figura 26 - Geometria do corpo-de-prova utilizado no ensaio DCB.

Para obtenção da taxa de energia liberada para a fratura (G_I) foi utilizada a equação (6):

$$G_{I} = \underline{3P\delta}$$
(6)
2b (a + |\Delta|)

onde, P = força, δ = deslocamento no ponto de carregamento, b = largura da amostra, a = comprimento da trinca e Δ = fator de correção associado à pré-trinca (MATHEWS, SWANSON, 2007). Este fator de correção é utilizado para que o valor de G_I não seja superestimado, já que durante o ensaio pode ocorrer uma pequena rotação na frente da delaminação. O valor de Δ é calculado conforme apresentado na Figura 27.



Figura 27 - Gráfico para cálculo do fator de correção associado à pré-trinca (Δ).

Neste trabalho, o ensaio DCB foi feito baseado na norma ASTM D5528 (ASTM, 2007) e as medidas usadas nos corpos-de-prova foram as seguintes: $a_0 = 60$ mm, L = 190 mm, b = 20 mm e 2h = 3,30 mm. Foi ensaiado um total de 30 corpos-de-prova, distribuídos nas condições natural (somente processados), higrotérmica e ultravioleta.

Para a realização do ensaio DCB foi necessário fixar em cada corpo-de-prova um par de blocos de metal (Figura 28a), que neste caso foi alumínio, para permitir a aplicação da força, sendo, posteriormente, os blocos presos às garras da máquina de ensaio, através de um suporte que foi fabricado para fazer a conexão da máquina com os blocos (Figura 28b). A fixação dos blocos foi feita com o uso do Adesivo Industrial EC-1099, da 3M, cuja composição é de acetona, borracha nitrílica e resina fenólica. O procedimento da colagem dos blocos foi o seguinte:

- limpeza dos blocos de alumínio com acetona;

- aplicação de uma fina camada de adesivo tanto na superfície dos blocos como nas superfícies do corpo-de-prova, a serem coladas;

- secagem do adesivo nas superfícies separadas, por duas horas, em temperatura ambiente e em lugar ventilado;

- união das superfícies dos blocos com as do corpo-de-prova, utilizando uma morsa para garantir o contato entre as superfícies e mantê-las pressionadas;

- cura do adesivo em uma estufa, a 110 °C, por quatro horas, com posterior resfriamento a temperatura ambiente.



(a)



Figura 28 – (a) corpo-de-prova com os blocos fixados; (b) corpo-de-prova preso às garras da máquina de ensaio.

Os testes DCB foram realizados em uma máquina de ensaio da Shimadzu, modelo AG-X (Figura 29), existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, a uma velocidade de 2 mm/min, utilizando uma célula de carga de 50 kN.



Figura 29 - Máquina de ensaio da Shimadzu, modelo AG-X.

O ensaio foi filmado com uma câmera fotográfica, Kodak – Easy Share Z1012 IS, em modo HD (1200x720), com o intuito de monitorar a velocidade de propagação da trinca ou sua aceleração. Para melhor visualização da propagação da trinca, a lateral da amostra foi pintada de branco, a partir do fim do inserto. A Figura 30 mostra um ensaio DCB, sendo que, as imagens foram feitas a cada 1 minuto no decorrer do ensaio.



Figura 30 - Realização de um ensaio DCB, com deslocamento de 1 minuto entre cada imagem.

5.4.1 Cálculo G_I

O ensaio DCB foi programado na máquina de ensaio com o uso do programa TrapeziumX, que além de monitorar o ensaio, registra as informações de força e deslocamento transversal das garras, de acordo com a unidade de tempo ajustada, que neste caso, foi a cada 10s. Esta unidade de tempo foi escolhida porque abaixo deste valor a quantidade de pontos registrados era muito alta, inviabilizando a análise, e acima deste, detalhes seriam perdidos.

Depois de realizado o ensaio, um gráfico (Força x Deslocamento) foi traçado com os dados fornecidos pelo programa da máquina de ensaio (Figura 31). Este gráfico possui um formato serrilhado, onde o pico mais alto é a máxima força aplicada ao material antes da trinca se propagar. Os demais picos representam as outras forças suportadas pelo material durante a propagação da trinca. Esse formato de picos e vales é devido à resistência apresentada pelas fibras de carbono que impedem que a trinca se propague de uma só vez.



Figura 31 - Gráfico: Força x Deslocamento do ensaio DCB.

Os pontos escolhidos para análise foram os dez primeiros picos, sendo que o primeiro deles é o ponto de máxima força, representado de vermelho na Figura 31 e os demais de preto.

De acordo com a equação (6), apresentada anteriormente, para o cálculo da resistência à fratura (G_I) era necessário o valor da propagação da trinca (a), que foi medida a partir de imagens retiradas do filme que foi feito do ensaio, com o uso de ferramentas do programa NIH Image J (RASBAND, 2008), que é um pacote desenvolvido em código aberto, sendo um programa gratuito (Figura 32).



Figura 32 – Medição da propagação da trinca.

Com todos os dados em mãos a resistência à fratura foi então calculada e seus valores expressos em um gráfico, em relação à distância da propagação da trinca (a) (Figura 33).



Figura 33 – Gráfico: G x a – ensaio DCB

5.5 Ensaio ILSS

O ensaio de resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS – Interlaminar Shear Strength) pode ser realizado para avaliar a influência de vazios na resistência mecânica dos compósitos formados por tecidos de fibras e resina. Em geral, a formação de vazios em compósitos é devido a liberação de gases gerados durante o processo de polimerização ou a umidade absorvida pelo pré-impregnado durante sua armazenagem ou seu processamento (COSTA, REZENDE, 2001).

O ensaio ILSS é baseado na norma ASTM D2344 (ASTM, 2006), que estabelece a utilização de uma amostra retangular que é apoiada em dois cilindros de sustentação e uma carga é aplicada no centro da amostra (Figura 34). Para compósitos reforçados com fibra de carbono a dimensão do corpo-de-prova deve obedecer às seguintes razões: comprimento = (6 x espessura) e a largura = (2 x espessura).



Figura 34 – Ensaio ILSS – (a) início do ensaio; (b) término do ensaio.

(b)

(a)

Os corpos-de-prova utilizados neste ensaio foram retirados dos corpos-de-prova de ensaio DCB, na região oposta à pré-trinca, onde não houve a propagação da trinca, pois esta foi interrompida quando atingiu 90 mm. Foram utilizadas 30 amostras distribuídas nas condições natural, higrotérmica e ultravioleta, com dimensões de 19,8 mm x 6,6 mm x 3,3 mm (comprimento x largura x espessura) (Figura 35).



Figura 35 - Geometria do corpo-de-prova para ensaio ILSS.

O ensaio foi realizado na máquina Shimadzu, modelo AG-X (Figura 36), existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, com o uso de uma célula de carga de uma tonelada e uma velocidade de deslocamento de 1 mm/min.



Figura 36 - Máquina de ensaio Shimadzu, preparada para ensaio ILSS.

O valor de cisalhamento interlaminar foi calculado de acordo com a equação (7):

$$\tau = \underline{3 \cdot Pmax}$$
(7)
$$4 \cdot b \cdot h$$

onde, Pmax = força máxima, b = largura e h = espessura do corpo-de-prova.

5.6 Método de reconstrução por extensão de foco

Na reconstrução de relevos por microscopia óptica convencional, o método mais difundido é o da reconstrução por extensão de foco. Este método consiste na obtenção de uma pilha de imagens digitais, através do posicionamento ordenado e sucessivo da objetiva para diferentes planos de foco, em intervalos de 1µm (Figura 37). Sendo que a resposta deste método é uma imagem completamente focada (Figura 38a) e um mapa topográfico (Figura 38b) (HOROVISTIZ, 2003).



Figura 37 - Pilha de imagens com movimento progressivo da objetiva.

O método da reconstrução por extensão de foco consiste de um algoritmo de fusão que combina várias imagens, com diferentes áreas em foco, em uma única imagem composta somente pelas regiões em foco. Sendo que, a imagem fundida tem melhor qualidade do que qualquer uma das imagens originais. O algoritmo de fusão das imagens necessita de duas condições básicas para que o processamento seja feito com sucesso. A primeira é que as imagens devem estar alinhadas ao longo da pilha e a segunda condições sejam cumpridas, as imagens originais devem ser feitas em um microscópio óptico, com a amostra sendo transladada ao longo do eixo óptico z para obter cada imagem da pilha. Sendo que, as imagens devem ser registradas com translações de passos menor que a real profundidade de campo (PAJARES, CRUZ, 2004; FORSTER et al, 2004).



(a)

Figura 38 - Saídas do método de reconstrução por extensão de foco: (a) Imagem em foco, (b) Mapa topográfico e (c) Representação 3-D da imagem em (b).



(b)



Figura 38 (continuação) - Saídas do método de reconstrução por extensão de foco: (a) Imagem em foco, (b) Mapa topográfico e (c) Representação 3-D da imagem em (b).

A reconstrução por extensão de foco foi feita com o uso de uma rotina ("*plugin*"), denominada Stack Focuser, implementado por Michael Umorin, existente no programa NIH Image J (RASBAND, 2008). Esta rotina usa um filtro de mediana 3x3 para reduzir os ruídos das imagens e, posteriormente, um filtro Sobel é usado para detecção de contornos, tendo como resultado uma imagem completamente focada e um mapa de elevações. Outra forma de representar o mapa de elevações é através de um gráfico 3-D (Figura 38c), que é construído usando a rotina Interactive 3-D Surface Plot.

5.7 Aquisição das imagens

As pilhas de imagens foram adquiridas com o uso de um microscópio óptico de reflexão Nikon Epiphot 200, equipado com uma câmera digital Zeiss AxioCam ICc3, existente no Laboratório de Microscopia do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá.

As imagens foram feitas com ampliações de 200x, usando lentes objetivas Nikon BD/DIC Plan Achromat 20x, com abertura numérica de 0,46, resolução lateral de 0,6 μ m, profundidade de campo de 2,85 μ m, distância de trabalho de 3,1 mm e comprimento focal de 10 mm.

A objetiva de 20x foi escolhida com base no Teorema de Amostragem de Shannon, que diz que, para que um sinal analógico possa ser reconstruído com o mínimo de perda, sua freqüência de amostragem deve ser maior ou igual ao dobro da maior freqüência deste sinal (OGATA, 1985). Os cálculos da máxima freqüência do sinal das objetivas foram feitos com o uso da seguinte equação:

$$D = \frac{\lambda}{NA \cdot sen\alpha} \tag{8}$$

onde, *D* é a resolução vertical, λ é o comprimento de onda, NA é a abertura numérica e α é o ângulo de abertura da objetiva (GOLDSMITH, 2000; HEIN et al., 2010). A resolução vertical é a menor distância entre dois pontos nítidos verticalmente.

Sendo $NA = n \cdot sena$, onde *n* é o índice de refração do meio e, como para o caso em questão o meio é o ar (*n*=1), a equação (8) fica reduzida a:

$$D = \frac{\lambda}{NA^2} \tag{9}$$

As objetivas analisadas foram as de 20x e 50x, considerando o comprimento de onda do filtro verde ($\lambda = 0,54 \ \mu m$) e a abertura numérica de 0,46 e 0,55, respectivamente. O filtro verde foi considerado porque ele filtra os espectros azul e vermelho, compreendendo a faixa intermediária de comprimentos de onda, sendo ideal para aquisição de imagens em escala de cinza. Os resultados obtidos foram D_{20x} = 2,55 µm e D_{50x} = 1,78 µm.

Adaptando o teorema de Shannon a esta análise, conclui-se que a frequência de amostragem deve ser menor ou igual a D/2, ou seja, no caso da objetiva de 20x deve ser menor ou igual a 1,275 μ m e para a de 50x este valor deve ser menor ou igual a 0,890 μ m.

Como o deslocamento da objetiva que está sendo usado neste trabalho é de 1 μ m, que é o mínimo conseguido com certo grau de precisão, devido ao deslocamento que é feito manualmente por limitações do microscópio, a objetiva escolhida foi a de 20x, já que 1 μ m < 1,275 μ m.

As imagens foram feitas ao longo do corpo-de-prova, na região central, nos dez pontos selecionados anteriormente no cálculo do G_I (Figura 39). Porém, como este material foi feito de tecido de fibra de carbono tipo plano, em uma mesma região encontrou-se fibras a 0° e a 90° (Figura 40a). Sendo assim, em cada ponto, ou seja, em cada distância da propagação da trinca, foram feitas imagens tanto na posição onde a fibra estava a 0° (Figura 40c), como na posição de 90° (Figura 40b).


Figura 39 – Representação de um corpo-de-prova com as marcações da propagação da trinca.



(b)

(c)

Figura 40 - (a) imagem do tecido tipo plano, com fibra a 0° e a 90° ; (b) fibra a 0° ; (c) fibra a 90° .

5.8 Preparação da imagem para cálculo da dimensão fractal

A reconstrução da pilha de imagens gera na saída, como já mencionado anteriormente, uma imagem completamente focada e um mapa de elevações que foi usado para o cálculo da dimensão fractal.

Porém, quando a pilha de imagens é reconstruída através da rotina Stack Focuser, o mapa de elevações é multiplicado por um valor que depende do número de imagens na pilha. Este valor é igual à parte inteira da divisão de 255 pelo número de imagens da pilha. Isto acontece, pois é uma característica dessa rotina fazer com que a imagem resultante tenha um histograma mais distribuído entre os 255 pixels que podem existir em uma imagem de 8 bits. Mas, para o cálculo da dimensão fractal é necessário que se divida o mapa de elevações pelo valor mínimo encontrado no histograma, para que os valores do mapa representem as distâncias reais da fratura.

No caso do exemplo da Figura 41, a pilha de imagens possui 55 imagens, o que significa que a distância do ponto mais alto da imagem é de 55 µm em relação ao ponto mais baixo. Porém, quando se analisa o histograma, o valor mínimo encontrado para o mapa de elevações (Figura 41a) é quatro ao invés de ser um e o máximo é 220 ao invés de 55 (Figura 41b). Já quando o mapa de elevações é dividido por quatro (Figura 41c), o histograma mostra a real situação para passos de 1 µm na direção z (Figura 41d).



Figura 41 – (a) mapa de elevações original; (b) histograma de (a); (c) mapa de elevações dividido por quatro; (d) histograma de (c).



Figura 41 (continuação) – (a) mapa de elevações original; (b) histograma de (a); (c) mapa de elevações dividido por quatro; (d) histograma de (c).

Sendo assim, todos os mapas de elevações foram divididos pelo valor mínimo encontrado no histograma para que as análises fossem feitas em cima de valores reais do relevo da fratura.

5.9 Dimensão fractal

Dimensão fractal é uma das ferramentas mais utilizadas para se quantificar o nível de irregularidade de um objeto ou o quanto do espaço ele ocupa. A análise da dimensão fractal foi feita usando como base o mapa de elevações que fornece as informações quanto ao relevo da fratura.

Antes de realizar o cálculo da dimensão fractal, foi feita uma análise para determinar se a superfície da fratura era fractal. E, se esta fosse fractal, a próxima análise feita foi para saber se era mono ou multifractal. Estas respostas foram extraídas do gráfico $F(\alpha) \ge \alpha$ - espectro multifractal (Figura 42) calculado a partir do mapa de elevações, com o uso da rotina FracLac (KARPERIEN, 2007), existente no programa NIH ImageJ. A interpretação que deve ser feita do gráfico é a seguinte: quando há somente um ponto no gráfico, significa que a superfície é monofractal; e, quando os pontos formam uma parábola, com um ponto de inflexão, significa que a superfície é

multifractal (HALSEY, et al., 1986; CHHABRA; JENSEN, 1989; POSADAS, et al. 2001).



Figura 42 - Espectro multifractal.

5.9.1 Cálculo da dimensão fractal

O próximo passo para as superfícies de fratura que foram analisadas e foram definidas como fractais, foi calcular a dimensão fractal.

O cálculo da dimensão fractal foi feito com o uso da rotina MapFractal Count (CHEN; YUAN; HSIEH, 2003), que é baseado no método de dimensão Minkowski-Bouligand, também conhecido como método *box-counting*.

5.9.1.1 Método box-counting

A dimensão fractal pode ser calculada através de vários métodos que vem sendo desenvolvidos ao longo do tempo. Um dos métodos mais adotados é o cálculo da dimensão fractal por *box-counting*, devido à sua simplicidade e facilidade de implementação.

O método *box-counting* consiste em sobrepor uma malha de quadrados à uma imagem (R^2) e contar o número de quadrados necessários para cobrir toda a forma

(FALCONER, 1990). No caso de uma imagem no espaço R³, como é o caso da superfície de fratura, as coordenadas (x, y) representam a posição no plano e a terceira coordenada (z) é representada pela intensidade dos tons de cinza da imagem. Ou seja, a altura de qualquer ponto da imagem é considerada como a intensidade do pixel naquele ponto. Desse modo, substitui-se a contagem de quadrados do método por uma contagem de cubos (SAKAR; CHAUDHURI, 1994; FOROUTAN-POUR; DUTILLEUL; SMITH, 1999; LI; DU; SUN, 2009).

A dimensão fractal, então, é calculada pela seguinte equação:

$$D = -\lim_{r \to 0} \frac{\log(N(r))}{\log(r)}$$
(10)

onde, N(r) é o número de cubos que intercepta a imagem, também chamado de *box count* (contagem de caixa), e *r* é a medida da aresta do cubo ou *box size* (tamanho da caixa). O valor da dimensão fractal também pode ser encontrado graficamente, sendo igual ao coeficiente angular da reta formada no gráfico $-log(box size) \times log(box count)$.

O *box size* é determinado subdividindo a imagem em cubos de lado $r \ge r \le r'$, onde $r \le um$ múltiplo da medida em pixel do plano da imagem (x, y) e $r' \le múltiplo do$ nível de cinza na direção z. E, o *box count* conta quantos cubos possuem uma parte da imagem em seu interior, sendo que haverá cubos que não interceptarão a imagem.

A Figura 43 mostra um exemplo do método *box counting*, onde uma imagem em níveis de cinza está representada no espaço (\mathbb{R}^3), sendo que para melhor visualização os níveis de cinza foram substituídos por cores. A medida desta imagem no plano (x, y) é 10x10 pixels e o nível máximo de cinza é dez e o mínimo é dois. Neste exemplo foram adotados os seguintes valores: r = 2 pixels e r' = 2 níveis de cinza, sendo as medidas do cubo 2x2x2 e, consequentemente, *box size* = 2. Depois de definido o *box size*, o próximo passo é calcular quantos cubos interceptam a imagem, sendo o *box count* = 78. Ou seja, do total de 125 cubos que existem na imagem, com aresta igual a dois, somente 78 cubos possuem parte da imagem dentro deles.



Figura 43 – Modelo para determinação do box size e box count.

É exatamente desta forma, como apresentado no exemplo da Figura 43, que é calculado o *box size* e o *box count* na rotina MapFractal Count. Com esses dados em mãos, o próximo passo foi calcular o logaritmo de cada valor e construir um gráfico cujo eixo da abscissa é $-\log(box size)$ e o eixo da ordenada é $\log(box count)$. E, traçar uma linha de tendência entre esses pontos, onde o coeficiente angular da reta é igual à dimensão fractal da imagem que está sendo analisada (Figura 44).



Figura 44 – Cálculo da dimensão fractal com o uso do método *box-couting*, onde o coeficiente angular da reta é igual a dimensão fractal.

O método *box counting* possui uma limitação no seu cálculo, que pode ser percebido no gráfico da Figura 44, apresentado por uma significativa diferença na inclinação dos pontos, chegando a formar um degrau. Isso acontece, pois o tamanho da imagem (x, y) é muito maior que o maior nível de cinza da imagem. Ou seja, nesta região, de inclinação mais baixa, o valor do *box size* é maior do que o máximo nível de cinza e a contagem dos cubos acaba considerando a imagem como um plano, pois não é sensível a altura z. Sendo assim, os pontos válidos para o cálculo são aqueles onde o *box size* é menor ou igual ao maior nível de cinza. Para saber qual é este limite onde a partir do qual serão considerados os pontos, é necessário verificar os histogramas das imagens e o valor máximo apresentado para os níveis de cinza é o limite do *box size*.

A imagem que gerou o gráfico da Figura 44 possui o histograma apresentado na Figura 45a, sendo o limite para este caso um *box size* no máximo igual à 116, que é o nível de cinza máximo da imagem. A Figura 45b, mostra o gráfico com o limite do *box size*, sendo que os pontos pretos são os que devem ser retirados para o cálculo da dimensão fractal.



Figura 45 – Análise do histograma e limitação do gráfico.

A Figura 46, mostra o gráfico do método *box counting* somente com os pontos válidos para o cálculo da dimensão fractal. É importante observar que a linha de

tendência neste caso esta mais próxima dos pontos do que no caso anterior, e o coeficiente angular da reta é maior, representando melhor a superfície da fratura.



Figura 46 - Gráfico do método box-countig ajustado.

5.9.2 Cálculo Multifractal

Sendo as superfícies analisadas multifractais, de acordo com análise do espectro multifractal, o próximo passo foi identificar no gráfico do método *box counting* os dois segmentos de reta relacionados a dimensão textural (D_t) e dimensão estrutural (D_s), conforme a inclinação da reta.

Porém, o ponto que separa os dois segmentos de reta e, consequentemente, as duas diferentes inclinações, não é facilmente identificado observando-se somente o gráfico do método *box counting* (Figura 46). Sendo assim, foi necessário criar uma metodologia que auxiliasse a definição de quais pontos eram correspondentes a D_t e quais eram de D_s .

A metodologia consistiu de calcular a derivada primeira de todos os dados de log(*box count*), com o intuito de encontrar os pontos de inflexão, calculando, posteriormente, a mediana desses pontos para suavizar a dispersão dos dados originais

(HOROVISTIZ, et al., 2010) . A Figura 47a demonstra como foi o comportamento dos pontos graficamente após o cálculo da derivada e do filtro da mediana. Foi observado neste gráfico duas regiões distintas, sendo uma com grande dispersão dos pontos, e a outra com os pontos tendendo a uma reta.



Figura 47 – (a) gráfico do espalhamento dos pontos do método *box counting* com o uso da derivada; (b) limite entre os pontos relacionados à Dt e Ds.

Para determinar exatamente qual o ponto que dividia as duas regiões da Figura 47a, foi calculado o desvio padrão destes dados, como forma de se medir a dispersão. Sendo que os valores referentes à D_s foram aqueles que tinham o menor valor de dispersão, padronizado em valores menores que 10% do desvio-padrão (Figura 47b).

Depois de encontrado qual o ponto que dividia as duas regiões, construiu-se o gráfico do método *box counting*, com as regiões separadas e suas respectivas linhas de tendências, sendo que, a que possui o maior coeficiente angular é referente a D_s e a outra é referente a D_t (Figura 48).



Figura 48 - Cálculo da dimensão textural (Dt) e dimensão estrutural (Ds) através do coeficiente angular da reta.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Condicionamento Higrotérmico

Os dados sobre a umidade absorvida pelos corpos-de-prova que foram condicionados na câmara higrotérmica estão apresentados na Tabela 1, como resultado do ganho médio de massa, após nove semanas de exposição. O cálculo da absorção de umidade em cada laminado é definido pela lei de difusão de Fick como porcentagem em massa seca, de acordo com a equação (11):

% ganho de umidade =
$$|massa \, \acute{u}mida - massa \, seca| \times 100$$
 (11)
massa seca

Amostra	1º dia	62° dia	Ganho
Amostra	02/11/2009	04/01/2010	Gamo
H1	17,935	18,082	0,82%
H2	17,810	17,944	0,75%
H3	17,652	17,784	0,75%
H4	17,936	18,101	0,92%
Н5	16,782	16,878	0,57%
H6	17,213	17,327	0,66%
H7	17,552	17,689	0,78%
H8	17,428	17,576	0,85%
H9	17,204	17,345	0,82%
H10	17,946	18,127	1,01%

Tabela 1 - Resultados do ganho de massa proveniente do condicionamento higrotérmico.

O aumento da massa dos corpos-de-prova acontece porque a umidade penetra na matriz polimérica pelo processo de difusão até que a concentração de equilíbrio seja atingida, sendo este mecanismo realçado com o aumento da temperatura (LEE, 1993). A água quando interage com a matriz, que neste caso é resina epóxi, por meio de ligações de hidrogênio, pode causar aumento no volume livre da matriz e uma redução da temperatura de transição vítrea, limitando com isso a máxima temperatura de utilização em serviço do material (CÂNDIDO, 2001).

Os resultados de ganho de massa encontrados nos corpos-de-prova, após condicionamento higrotérmico (Tabela 1), estão coerentes com os disponíveis em literatura, onde compósitos processados com fibras de carbono e resina epóxi podem apresentar uma absorção de umidade entre 0,5 e 2% após exposição em ambientes higrotérmicos.

6.2 Condicionamento Ultravioleta

Os corpos-de-prova que estavam condicionados na câmara de climatização ultravioleta apresentaram uma perda de massa, conforme apresentado na Tabela 2, devido à degradação da matriz polimérica.

O cálculo da perda de massa é calculado pela seguinte equação:

% perda de massa =
$$(massa após condicionamento - massa inicial) x 100$$
 (12)
massa inicial

A perda de massa não foi muito acentuada, comparada com valores encontrados na literatura, pois o condicionamento que foi realizado combinava exposições alternadas de radiação ultravioleta e condensação. A degradação da matriz, que neste caso é resina epóxi, é resultado das reações foto-oxidativas que alteram a estrutura química do material, sendo realçadas com a presença de umidade (KUMAR et al., 2002).

Amostro	início	1200 horas	Dondo
Amostra	13/10/2009	12/01/2009	rerua
UV1	18,265	18,227	-0,21%
UV2	18,714	18,680	-0,18%
UV3	18,085	18,041	-0,24%
UV4	18,437	18,405	-0,17%
UV5	19,006	18,971	-0,18%
UV6	18,567	18,525	-0,23%
UV7	18,115	18,083	-0,18%
UV8	18,875	18,841	-0,18%
UV9	18,664	18,632	-0,17%
UV10	18,271	18,233	-0,21%

Tabela 2 - Resultados da perda de massa devido ao condicionamento ultravioleta.

A radiação ultravioleta na presença de oxigênio pode gerar tanto reações de degradação quanto de reticulação. O processo de degradação ou foto-oxidação pode causar a oxidação da superfície do polímero na presença do oxigênio, que tem sua entrada facilitada pela energia radiante do UV.

6.3 Análises macroscópicas da fratura

A fractografia de delaminação é quase que totalmente dominada pela fratura na matriz do compósito e, em alguns casos, pela fratura ocasionada na interface entre a matriz e a fibra (GREENHALGH, 2009).

A Figura 49 mostra a imagem macroscópica de um corpo-de-prova após ensaio DCB, sendo a fratura ocasionada por delaminação em modo I de carregamento.



Figura 49 - Imagem macroscópica de modo I de fratura de um corpo-de-prova de ensaio DCB.

Visualmente, as superfícies de fratura em modo I possuem uma textura rugosa devido às quebras nas extremidades das fibras, mas são planas, exibindo duas diferentes regiões, sendo uma mais escura e brilhante, e outra mais clara e opaca (Figura 49). As regiões claras correspondem às regiões de crescimento estável da trinca, onde houve grande deformação da matriz, enquanto que nas regiões escuras há pouca deformação plástica, que é característica de crescimento rápido da trinca (SMITH, 1987; GREENHALGH, 2009).

Nos cabos da trama é possível visualizar uma grande quantidade de resina entre as fibras, cobrindo-as em certas partes, que faz com que a aparência da fratura neste local seja mais rugosa (Figura 50a). Já nos cabos do urdume (Figura 50b) a aparência da fratura é mais lisa, sendo possível visualizar mais as fibras do que a resina, que se encontra quase que exclusivamente entre as fibras. Esta diferença entre as superfícies da trama e do urdume são devido ao processo de delaminação, que faz com que a trinca, preferencialmente, se estenda paralela às fibras, na direção do urdume, enquanto que na trama a trinca se arrasta deixando grande quantidade de resina sobre as fibras. As quebras das fibras (*pullout*) ocorrem, principalmente, nos cabos da trama (Figura 51), onde a trinca encontra um impedimento à sua propagação.



(a)



(b)

Figura 50 – Direção da fibra no compósito: (a) trama; (b) urdume.



(a)



(b) Figura 51 – Quebra das fibras nos cabos da trama.

Os sítios intersticiais, regiões de encontro dos cabos das fibras com diferentes direções existentes nos compósitos com fibras no formato de tecido, tendem a ter

excesso de resina e a presença de vazios, gerando deformação da matriz e com uma aparência rugosa (Figura 52).



Figura 52 – Sítio intersticial.

6.4 Ensaio DCB

Com o intuito de se obter superfícies de fratura com características diferentes foram feitos ensaios DCB em corpos-de-prova de compósitos de fibras de carbono/epóxi, em três condições distintas: condição natural, ou seja, da maneira como foi fornecido após processamento das laminas; condicionamento higrotérmico; e, condicionamento à radiação ultravioleta. A nomenclatura utilizada para identificar os corpos-de-prova de cada condição foi "N" para natural, "H" para higrotérmico e "UV" para ultravioleta.

Como já mencionado nos itens 2.8 e 2.9, tanto a umidade combinada com a temperatura (condicionamento higrotérmico) como a radiação ultravioleta, causam modificações na estrutura do compósito, alterando, consequentemente, suas propriedades mecânicas.

6.4.1 Condição natural

Foram ensaiados 11 corpos-de-prova na condição natural, porém somente 10 resultados foram considerados para análise, pois o terceiro corpo-de-prova ensaiado foi descartado devido ao mesmo ter se descolado dos blocos que o sustentava nas garras da máquina durante o ensaio.

A Figura 53 mostra uma imagem macroscópica da fratura por delaminação ocorrida em um corpo-de-prova, em condição natural, após ensaio DCB. Nesta imagem, é possível visualizar tanto os cabos do urdume, que são paralelos à propagação da trinca, indicada pela seta, como os da trama, localizados perpendicularmente a estes. Porém, a fratura por delaminação em compósitos carbono/epóxi permite que se deduza a direção da propagação da trinca, através de regiões onde há feixes de fibras, com certa descontinuidade. Essas regiões podem ser identificadas na imagem por áreas com coloração mais brilhante, sendo estas regiões localizadas nos cabos do urdume e a direção da propagação da trinca é sempre da área mais escura para a mais brilhante (GREENHALGH, 2009).



Figura 53 – Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB – condição natural.

É possível visualizar, na fratura apresentada na Figura 53, certa quantidade de vazios nos sítios intersticiais, provenientes do processamento das lâminas que, apesar de terem sido feitas a partir de pré-impregnados, foram processadas manualmente. Quando as lâminas de compósitos são feitas em processo manual corre-se o risco de objetos estranhos ao compósito ficarem retidos entre as camadas, de haver a retenção de ar que ocasiona os vazios ou de haver o desalinhamento das fibras (CÂNDIDO, 2000).

Durante o ensaio DCB, a carga e o deslocamento foram registrados a cada 10 segundos, gerando um gráfico como o apresentado na Figura 54a. Porém, um dos valores que é o mais significativo é o referente ao "ponto crítico", que representa a carga máxima suportada pelo material antes de começar a fraturar, sendo representado no gráfico pelo ponto vermelho. O cálculo do G_{IC} (resistência crítica à fratura) foi feito a partir desta carga (P_C) e do comprimento do inserto (a_0), sendo os resultados de cada corpo-de-prova apresentados na Tabela 3.

Amostra	P _C	\mathbf{a}_0	G _{IC}
	[N]	[mm]	[kN/m]
N1	170,25	60	1,30
N2	146,74	60	1,19
N4	176,04	57	1,40
N5	144,89	58	1,29
N6	160,99	59	1,44
N7	167,48	59	1,37
N8	151,40	60	1,31
N9	179,54	59	1,40
N10	136,19	68	1,22
N11	163,65	61	1,13

Tabela 3 – Resultados ensaio DCB, condição natural.

Os gráficos de carga x deslocamento dos ensaios realizados com corpos-de-prova na condição natural apresentaram um formato serrilhado bem definido, sendo facilmente definidos os pontos de picos (acúmulos de energia), que representaram os momentos a partir dos quais a trinca se propagou. Este formato serrilhado do gráfico é característico de fratura por delaminação, onde não há uma propagação contínua da trinca, devido à resistência apresentada pela fibra.

Além do "ponto crítico", outros nove pontos foram selecionados no gráfico carga x deslocamento, conforme apresentado na Figura 54a pelos pontos em preto, em cada corpo-de-prova. Estes pontos foram escolhidos por serem os próximos picos do gráfico, onde há uma resistência do material antes de haver uma propagação da trinca, servindo de base para o cálculo de G_I. A Figura 54b representa graficamente a relação entre G_I e o tamanho da trinca propagada (a) para cada pico marcado na Figura 54a, sendo que, neste caso, os dez picos representaram uma propagação da trinca de, aproximadamente, 115 mm. Esta foi uma característica da fratura observada nos corpos-de-prova na condição natural, onde para poucos picos houve grande propagação da trinca, em média 108 mm.



Figura 54 – Condição natural (N₉): (a) gráfico P x deslocamento; (b) G_I x a.

6.4.2 Condição higrotérmica

Durante o condicionamento higrotérmico a umidade (95%), combinada com altas temperaturas (80 °C) e longos períodos de exposição, penetra na matriz polimérica das lâminas dos compósitos pelo processo de difusão até que a concentração de equilíbrio seja atingida. Os efeitos que esta umidade causa na matriz são os processos de degradação química e a plasticização, sendo danos permanentes no material (LEE, 1993; SRIVASTAVA; HOGG, 1998).

Em modo I de carregamento, o processo da plasticização que ocorre na resina epóxi faz com haja um aumento na resistência à fratura (G_{IC}) de amostras úmidas, devido ao aumento da ductilidade da matriz. Enquanto que em modo II, o valor de G_{IIC} do compósito, em condição úmida, decresce devido ao enfraquecimento da interface fibra/resina, já que neste modo de carregamento a interface é fortemente solicitada (SELZER; FRIEDRICH, 1997; TODO; NAKAMURA; TAKAHASHI, 2000; GREENHALGH, 2009).

Os ensaios DCB, modo I de carregamento, realizados com os corpos-de-prova submetidos ao condicionamento higrotérmico não apresentaram um aumento no valor da resistência à fratura (Tabela 4), comparados à condição natural, como deveria ter ocorrido de acordo com a literatura. Isto porque, neste caso, a fratura não ocorreu durante o processo de plasticização, pois a amostra estava seca devido a uma limitação da metodologia empregada. Como para a realização do ensaio DCB era necessário colar os blocos de metal no corpo-de-prova e este processo necessitava que o mesmo permanecesse na estufa a 110 °C por 4 horas, a umidade do material acabou sendo removida.

Analisando a fratura deste material observou-se que houve uma mudança na distribuição da resina ao longo das fibras (Figura 55), havendo grande acúmulo nos sítios intersticiais e ao redor dos cabos tanto do urdume como da trama, além da presença de muitos vazios, sendo estes os motivos para a redução no valor de G_{IC} (Figura 56b). Todas estas alterações apresentadas nas superfícies de fratura das amostras em condicionamento higrotérmico, foram devidas à absorção da umidade na resina, causando plasticização da matriz e dilatação do material.

Amostra	P _C	\mathbf{a}_0	G _{IC}
	[N]	[mm]	[kN/m]
H1	168,15	59	1,07
H2	134,64	59	1,05
H3	165,55	59	1,06
H4	136,26	61	1,15
H5	150,59	59	0,88
H6	120,73	59	1,22
H7	146,49	59	1,29
H8	135,74	59	1,19
H9	158,37	59	1,08
H10	142,88	59	1,22

Tabela 4 - Resultados ensaios DCB, condição higrotérmica.

Na Figura 55 a direção de propagação da trinca está indicada por uma seta, sendo que, neste caso, somente a imagem da fratura não é suficiente para a identificação da direção, devido às alterações ocorridas na resina.



Figura 55 – Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB – condicionamento higrotérmico.

Os gráficos força x deslocamento dos corpos-de-prova submetidos ao condicionamento higrotérmico (Figura 56a) apresentaram formato mais serrilhado, se comparados com a condição natural, com os picos muito próximos entre si e em maior quantidade. Este acúmulo e liberação de energia de forma mais freqüente se deve ao fato destes materiais estarem com excesso de resina nos interstícios e aos vazios presentes ao longo da região de fratura, que dificulta a propagação da trinca de maneira mais uniforme (Figura 56b).



Figura 56 – Condição higrotérmica (H₉): (a) gráfico P x deslocamento; (b) G₁ x a.

6.4.3 Condição ultravioleta

A radiação ultravioleta agride muito mais a superfície do material que está em contato direto com a luz, do que as camadas internas, sendo que para isso é necessário um longo período de exposição. A matriz é a parte do compósito que é afetada pela exposição à radiação UV, sofrendo degradação e tendo alteradas suas propriedades mecânicas.

A Figura 57 mostra uma superfície de fratura, após condicionamento UV, onde é possível visualizar uma quantidade considerável de vazios, que não foram ocasionados por falhas no processamento do laminado e sim pela degradação da resina causada pela radiação. Nesta imagem também não é possível identificar a direção de

propagação da trinca sem o uso da seta, devido às alterações causadas pela degradação da resina.



Figura 57 - Imagem macroscópica da fratura de ensaio DCB - condicionamento ultravioleta.

Os resultados de G_{IC} para os corpos-de-prova submetidos à condição ultravioleta estão apresentados Tabela 5 e verificou-se uma redução neste valor em relação à condição natural. Esta redução já era esperada, pois a degradação da resina epóxi causou a diminuição da resistência do material.

O gráfico do ensaio DCB (Figura 58a) se comparado às outras duas condições (natural e higrotérmico) possui um formato intermediário, com picos de acúmulo de energia próximos entre si, porém com maior liberação desta energia que ocasiona maiores propagações da trinca (Figura 58b).

Amostra	P _C	\mathbf{a}_0	G _{IC}
	[N]	[mm]	[kN/m]
UV1	167,38	59	1,12
UV2	156,75	56	1,22
UV3	140,60	60	1,33
UV4	169,54	60	1,43
UV5	174,61	59	1,24
UV6	150,83	64	1,13
UV7	156,49	60	1,31
UV8	149,08	59	1,23
UV9	150,35	60	1,45
UV10	154,99	59	1,28

Tabela 5 – Resultados ensaio DCB, condição ultravioleta.



Figura 58 – Condição radiação ultravioleta (UV₅): (a) gráfico P x deslocamento; (b) G_I x a.

Comparando as três condições (natural, ultravioleta e higrotérmica) observou-se uma redução nos valores da resistência à fratura (G_{IC}), conforme apresentado na Figura 59, sendo que a maior diferença foi de 14,1% entre a condição natural e higrotérmica. É importante observar que o desvio-padrão destes resultados foi menor que 10% em todas as condições, indicando que o material sofreu processos uniformes de degradação, o que é indício de homogeneidade em seu processamento.



Figura 59 – Resultados de G_{IC} para cada condição.

A Figura 60 apresenta uma comparação macroscópica das superfícies de fratura nas condições natural (Figura 60a), higrotérmica (Figura 60b) e ultravioleta (Figura 60c), sendo possível visualizar com mais facilidade as diferenças de cada condição. Como já mencionado anteriormente, os sítios intersticiais, que são as regiões de encontro dos cabos das fibras em diferentes direções, foram os que apresentaram as principais alterações quando submetidos a condicionamentos higrotérmico e ultravioleta, por serem regiões ricas em resina. A superfície de fratura em condição natural (Figura 60a) apresenta a resina distribuída de forma uniforme, com a presença de vazios ou bolhas de ar nos sítios intersticiais, causadas pelo processamento das lâminas de compósito. Enquanto que na condição higrotérmica (Figura 60b), estas regiões possuem um grande acúmulo de resina quando comparadas com a condição natural, apresentando uma coloração esbranquiçada. Já na condição ultravioleta (Figura 60c), as superfícies de fratura são muito parecidas com as da condição natural, sendo que, nestas, os vazios presentes nos sítios intersticiais são um pouco maiores e mais alongados.





(b)

(c)

Figura 60 - Comparação macroscópica das superfícies de fratura (a) natural; (b) higrotérmica; (c) ultravioleta.

As diferenças nas superfícies de fratura ocasionadas pelos condicionamentos também podem ser visualizadas microscopicamente, conforme Figura 61. Confirmando a situação apresentada anteriormente com as imagens macroscópicas (Figura 60), a superfície de fratura em condição higrotérmica é a que possui a maior concentração de resina na região de encontro das fibras em diferentes direções (Figura 61d), comparada às condições natural (Figura 61a) e ultravioleta (Figura 61g). Este acúmulo de resina também é encontrado ao longo dos cabos, tanto do urdume (Figura 61e) como da trama (Figura 61f).



Figura 61 – Comparação microscópica da superfície de fratura nas condições: (a), (b) e (c) natural; (d), (e) e (f) higrotérmica; (g), (h) e (i) ultravioleta.

6.5 Ensaio ILSS

O ensaio de resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS) foi usado neste trabalho somente para avaliação e controle da qualidade dos laminados, devido a estes terem sido processados manualmente. Este ensaio foi escolhido por ser de fácil interpretação, rápido na avaliação das condições de processamento e por necessitar de pouco material para a realização do ensaio.

A Figura 62 apresenta os resultados obtidos com o ensaio ILSS para cada uma das condições (natural, higrotérmica e ultravioleta), onde se observa uma diminuição na resistência ao cisalhamento interlaminar nas amostras que foram retiradas dos laminados climatizados. Essa redução foi de, aproximadamente, 10% para o material submetido ao condicionamento higrotérmico e 7% para o ultravioleta, comparados com os resultados da condição natural. Os condicionamentos, tanto higrotérmico como ultravioleta, atacaram diretamente a matriz do compósito, degradando-a e tendo como efeito a redução da resistência ao cisalhamento.

Outra observação feita da Figura 62 é quanto ao desvio-padrão dos dados que foi menor que 5% indicando a uniformidade dos resultados do ensaio e, conseqüentemente, confirmando a regularidade das condições de processamento dos laminados.



Figura 62 - Resultados do ensaio de resistência interlaminar (ILSS).

Todos os laminados submetidos ao ensaio ILSS apresentaram fraturas interlaminares múltiplas, características do processo de delaminação, onde estas fraturas tendem a ocorrer nas regiões ricas em resina entre as lâminas do compósito (Figura 63).



(a)



(b)

Figura 63 – Laminado de tecido carbono/epóxi após ensaio ILSS.

6.6 Relação entre G_{IC} e dimensão fractal

Após a realização dos ensaios DCB foram feitos os cálculos da resistência à fratura (G_I) para os pontos selecionados no gráfico carga x deslocamento, sendo que foi feita a medida da propagação da trinca (*a*) correspondente a cada ponto.

As aquisições das imagens nos corpos-de-prova fraturados foram feitas ao longo da fratura, na região central, nos pontos correspondentes às distâncias da propagação da trinca (*a*). Sendo que, para cada posição foram feitas duas pilhas de imagens: uma com as fibras direcionadas a 0° e outra com as fibras a 90° .

As pilhas de imagens foram então processadas e foram feitos os cálculos da dimensão fractal para cada situação, sendo estes valores classificados em dimensão monofractal (D_f), dimensão textural (D_t) e dimensão estrutural (D_s). A dimensão monofractal (D_f) descreve a fratura através de um único valor, mesmo esta tendo sido analisada como multifractal. Enquanto que a classificação D_t e D_s é uma aproximação bifractal feita para descrever uma imagem que tem infinitos fractais, sendo que D_t descreveria o processo físico que controla a rugosidade da superfície e D_s as características estruturais do material.

Os valores de G_{IC} de cada corpo-de-prova e as dimensões fractais (D_f , D_t e D_s) calculadas para estes pontos críticos, tanto na direção da fibra a 0° como a 90°, foram representados graficamente, para que fosse identificada a relação entre essas variáveis com o uso do coeficiente de correlação (R) (Figuras 64, 65 e 66).

O coeficiente de correlação linear representa a relação entre duas ou mais variáveis. Sendo que, se existe relação direta entre as variáveis, o coeficiente é positivo, mas se a relação é inversa, o coeficiente de correlação é negativo e, ainda, seu valor pode ser zero quando estas variáveis são absolutamente independentes entre si. Ou seja, quanto mais próximo o coeficiente de correlação (R) estiver dos valores 1 ou -1, mais forte é a relação existente entre as variáveis, podendo uma ser descrita pela outra (COSTA NETO, 2002). A Tabela 6 mostra a classificação do coeficiente de correlação.

Coeficiente de correlação	Correlação	
R = 1	Perfeita positiva	
$0,75 \le R \le 1$	Forte positiva	
$0,5 \le R < 0,75$	Moderada positiva	
0 < R < 0,5	Fraca positiva	
$\mathbf{R} = 0$	Nula	
-0,5 < R < 0	Fraca negativa	
$-0,75 < R \le -0,5$	Moderada negativa	
$-1 < R \le -0,75$	Forte negativa	
R = -1	Perfeita negativa	

Tabela 6 – Classificação do coeficiente de correlação (R).

Porém, para uma correta interpretação do valor de R é necessário combiná-lo com o respectivo tamanho da amostra *n* utilizada, já que ele representa apenas uma estimativa do verdadeiro coeficiente de correlação populacional (COSTA NETO, 2002; MARTINS, 2002).

Analisando os gráficos das Figuras 64, 65 e 66, observou-se que somente D_s apresentou um coeficiente de correlação (R) satisfatório, tanto para as amostras em condição natural como para as submetidas a condicionamento higrotérmico e ultravioleta, com as fibras direcionadas a 0° e 90°. Houve uma variação entre os valores de D_s para cada situação, sendo que na condição natural os valores do R foram mais baixos, classificados como correlação moderada positiva para as superfícies de fratura com fibra posicionada a 0° (Figura 64a) e como moderada negativa para fibra a 90° (Figura 64b). Na condição higrotérmica a correlação encontrada foi moderada negativa para superfícies com fibra a 0° (Figura 65a) e moderada positiva para fibras a 90° (Figura 65b). Já no caso da condição ultravioleta, houve um aumento no valor de D_s , apresentando uma correlação positiva forte para ambas as direções da fibra com R= 0,8442 e R= 0,7727, conforme Figuras 66a e 66b, respectivamente.



Figura 64 – Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **natural**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.



Figura 65 – Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **higrotérmica**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.



(a)



Figura 66 – Relação G_{IC} e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **ultravioleta**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.

Como mencionado anteriormente, para saber se a interpretação dos coeficientes de correlação estava correta, foi feita a análise desses valores em conjunto com a amostragem utilizada, através de um teste de hipótese *t* de Student com n - 2 graus de liberdade, com um nível de significância $\alpha = 5\%$. Este teste foi feito através da equação:

$$t_{cal} = R \sqrt{\frac{n-2}{1-R^2}} \tag{13}$$

onde, n (tamanho da amostra) foi igual a 10 e para se concluir que há realmente correlação entre as variáveis, $t_{cal} > t_{(n-2),5\%}$ ou $t_{cal} < -t_{(n-2),5\%}$. Sendo assim, calculou-se o t_{cal} (*t* de Student calculado) para todas as relações apresentadas nas Figuras 64, 65 e 66, comparando-o, posteriormente, ao valor de $t_{(8),5\%} = 1,860$ ou $-t_{(8),5\%} = -1,860$. Os resultados do teste estão apresentados na Tabela 7.

Condição	Relação G _{IC} x	<i>t</i> _{8,5%}	t_{cal}
Notural	$D_{f}(0^{\circ})$	1,86	0,8676
	$D_t(0^\circ)$	1,86	0,0664
	D _s (0 °)	1,86	2,2095
Inatural	$D_{f}(90^{\circ})$	1,86	0,0959
	D _t (90°)	1,86	0,7309
	D _s (90°)	-1,86	-1,9758
	$D_{f}(0^{\circ})$	1,86	1,1235
	D _t (0°)	1,86	1,2229
Higrotármica	D _s (0 °)	-1,86	-3,0664
Ingloternica	$D_{f}(90^{\circ})$	1,86	0,8212
	D _t (90°)	1,86	1,8275
	D _s (90°)	1,86	2,0378
-	$D_{f}(0^{\circ})$	1,86	1,4946
	D _t (0°)	-1,86	-0,9596
Illtraviolato	$\mathbf{D}_{\mathbf{s}}\left(0^{\circ} ight)$	1,86	4,4542
Ultravioleta	D _f (90°)	-1,86	-0,6738
	D _t (90°)	1,86	0,7313
	D _s (90°)	1,86	3,4425

Tabela 7 – Resultados do teste de hipótese para existência de correlação, com 5% de significância.
De acordo com os resultados apresentados na Tabela 7, para o tamanho da amostra utilizada (n=10) somente há correlação entre as variáveis G_{IC} e D_s , sendo que para as demais relações não foi possível determinar uma correlação, considerando a amostragem utilizada.

Com os dados apresentados verificou-se que não foi possível estabelecer uma correlação entre a resistência crítica à fratura (G_{IC}) e a dimensão fractal, quando esta é considerada como monofractal (D_f). Ou seja, para este caso, G_{IC} não pode ser descrito através de uma relação com D_f , como proposto por Mecholsky, pois para cada corpode-prova houve um comportamento diferente entre estas duas variáveis, não sendo, dessa forma, a dimensão fractal uma propriedade do material.

Mecholsky (2006) assume em seu trabalho que a velocidade de propagação da trinca foi mantida constante durante todo o ensaio, porém, verificou-se na prática que não é este o comportamento real da propagação da trinca, não sendo possível controlar sua velocidade e, consequentemente, o crescimento radial das tensões na ponta da trinca. Sendo assim, a dimensão fractal deve estar relacionada ao avanço da trinca e a distribuição de tensões à sua frente, onde processos de fratura resultam em superfícies multifractais.

Quando considerada a superfície de fratura como multifractal, com a divisão em dimensão textural (D_t) e dimensão estrutural (D_s) como proposto por Kaye (1989), a relação entre dimensão fractal e a resistência crítica à fratura só se verifica em escala microscópica (D_s), onde esta medida está associada às forças envolvidas na ruptura das ligações atômicas e, consequentemente, aos micromecanismos e microestrutura. Já em um contexto macroscópico, como é o caso da dimensão textural (D_t), não foi encontrada correlação entre a dimensão fractal e G_{IC}, pois com o aumento da velocidade de propagação da trinca, o avanço desta se tornou cada vez mais bidimensional e heterogêneo, apresentando para cada corpo-de-prova relações diferentes devido à velocidade de propagação que não era constante.

6.7 Relação entre G_I e dimensão fractal

Os gráficos apresentados nas Figuras 67, 68 e 69 indicam que não há correlação entre a resistência à fratura (G₁), nos dez pontos analisados ao longo de cada corpo-deprova, e a dimensão fractal (D_f, D_t e D_s), tanto na condição natural como nas condições higrotérmica e ultravioleta. Esta afirmação é baseada nos resultados dos coeficientes de correlação (R), apresentado nos gráficos, e do teste de hipótese *t* de Student (Tabela 8), onde em todas as relações analisadas o t_{cal} foi menor que o *t* de Student tabelado. Sendo que, o tamanho da amostra (n) da condição higrotérmica foi igual a 90 e não 100 como nos outros dois casos, devido à problemas no momento da filmagem de um dos ensaios que impossibilitou a medição da propagação da trinca ao longo do corpo-de-prova.

orginitiouriota.			
Condição	Relação G _I x	<i>t</i> _{(<i>n</i>-2),5%}	t_{cal}
	$D_{f}(0^{\circ})$	1,66	1,2640
	D _t (0°)	1,66	1,2588
Natural	D _s (0°)	1,66	1,1925
(n = 100)	D _f (90°)	-1,66	-0,2694
	D _t (90°)	-1,66	-0,8442
	D _s (90°)	1,66	0,4850
	$D_{f}(0^{\circ})$	1,64	1,5102
	D _t (0°)	1,64	1,3193
Higrotérmica	D _s (0°)	1,64	0,5655
(n = 90)	$D_{f}(90^{\circ})$	1,64	0,3497
	D _t (90°)	1,64	0,3788
	D _s (90°)	1,64	1,2808
	$D_{f}(0^{\circ})$	1,66	1,4633
	D _t (0°)	-1,66	-0,0927
Ultravioleta	D _s (0°)	1,66	1,5627
(n = 100)	$D_{f}(90^{\circ})$	-1,66	-1,1727
	D _t (90°)	-1,66	-0,5442
	D _s (90°)	1,66	0,6540

Tabela 8 – Resultados do teste de hipótese para existência de correlação (G_I x dimensão fractal), com 5% de significância.



Figura 67 – Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **natural**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.



Figura 68 – Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **higrotérmica**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.





Figura 69 – Relação G_I e Dimensão Fractal (D_f , D_t e D_s) para as diferentes direções da fibra nas amostras em condição **ultravioleta**: (a) fibra a 0°; (b) fibra a 90°.

O que se verificou nestes gráficos (Figuras 67, 68 e 69) foi a existência de um erro associado aos cálculos de G_I , ocasionado pela medição da propagação da trinca (*a*) que não foi feita de forma tão precisa devido às limitações do processo, tais como distância do zoom da filmagem e ferramentas de medição do Image J. Outro erro foi associado às medidas da dimensão fractal ou, mais precisamente, ao posicionamento do corpo-de-prova na mesa do microscópio onde foram feitas as aquisições das pilhas de imagens, pois o deslocamento da mesa foi feito em milímetros enquanto que o campo de aquisição da imagem era em micrometros.

Apesar de todos esses erros mencionados e dos resultados do coeficiente de correlação terem indicado que não há relação entre as variáveis, é possível identificar uma grande diferença na dispersão dos pontos, sendo o D_t o que apresenta o maior espalhamento, confirmando a heterogeneidade dos campos de tensões existente na ponta da trinca.

6.8 Relação entre distância da fratura (a) e dimensão fractal

O próximo passo na análise dos resultados foi verificar o comportamento da dimensão fractal (D_f , $D_t e D_s$) em relação a propagação da trinca ao longo do corpo-deprova.

De acordo com os gráficos apresentados na Figura 70 não há uma relação entre a distância da fratura e a dimensão fractal. A propagação da trinca no compósito, causada pela abertura do corpo-de-prova em modo I de carregamento, não foi constante, conforme mostrado nos gráficos das Figuras 54, 56 e 58, apresentando um formato serrilhado que representa o acúmulo (pico) e a liberação (vale) da energia durante o processo de fratura. Isto se deve à heterogeneidade do material que era composto de fibras, em duas direções, e resina. O resultado desta inconstância na propagação da trinca é que cada região analisada possuía, localmente, características próprias, sendo a dimensão fractal, uma medida do processo e não uma propriedade do material. A Figura 71 exemplifica os diferentes comportamentos dos corpos-de-prova durante os ensaios DCB, mesmo sendo feito todos em mesma condição, que neste caso

foi natural. Este mesmo efeito pode ser verificado no exemplo apresentado na Figura 72, onde se tem diferentes comportamentos de D_s tanto ao longo do corpo-de-prova quanto em relação às diferentes amostras.



(b)

Figura 70 – Relação *a* e Dimensão Fractal (D_f, D_t e D_s) nas condições: (a) natural; (b) higrotérmica; (c) ultravioleta.



Figura 70 (continuação) – Relação *a* e Dimensão Fractal (D_f, D_t e D_s) nas condições: (a) natural;
 (b) higrotérmica; (c) ultravioleta.



Figura 71 - Comparação entre os ensaios DCB na condição natural.



Figura 72 – Comparação dos resultados de D_s para todos os corpos-de-prova na condição natural.

Outro ponto a ser observado nos gráficos da Figura 70 é o espalhamento dos dados de dimensão fractal (D_f, D_t e D_s) ao longo das fraturas dos corpos-de-prova. Observou-se que D_t foi o que apresentou o maior espalhamento, com desvio-padrão de aproximadamente 3,0%, indicando que esta medida macroscópica expressa a resposta do material às condições locais do processo, estando associada ao processo mecânico da fratura. Enquanto que D_s teve um desvio-padrão menor que 1,0%, apresentando certa uniformidade dos resultados ao longo da fratura, o que indica uma constância na microestrutura do material, já que a dimensão estrutural mede os aspectos microscópicos da fratura. Este mesmo comportamento foi verificado em Horovistiz et al. (2010), Figura 73, onde D_s apresentou pequena variação ao longo da fratura. Comparando os resultados, do compósito e da cerâmica, verificou-se uma semelhança entre as relações da dimensão estrutural, sendo que o material compósito apresentou maior regularidade desta medida, devido à fratura na resina depender da ruptura de ligações intermoleculares, enquanto que, para a cerâmica, o comportamento da fratura é associado à ruptura sucessiva de ligações interatômicas, o que levaria a um maior espalhamento, em vista da ocorrência de defeitos, como contornos de grãos e lacunas, e transições cristalinas, com a formação de subgrãos.



Figura 73 – Comportamento da dimensão estrutural (D_s) ao longo do corpo-de-prova de cerâmica (HOROVISTIZ et al., 2010)

6.9 Relação entre dimensão fractal e direção da fibra

As Figuras 74, 75 e 76, foram utilizadas para mostrar a relação entre dimensão fractal (D_f , D_t e D_s) e a direção da fibra (0° e 90°), na região crítica de início da propagação da trinca. Observou-se que houve uma semelhança na distribuição dos dados de D_f , D_t e D_s em todas as condições analisadas (natural, higrotérmica e ultravioleta).

A dimensão monofractal (D_f) e a dimensão textural (D_t) não foram sensíveis à direção da fibra, apresentando grande dispersão dos pontos, tanto das fibras a 0° como a 90°, não sendo possível identificar uma separação entre estes dados (Figura 74a, 74b, 75a, 75b, 76a e 76b). O mesmo não aconteceu com a dimensão estrutural (D_s), onde foi possível identificar faixas de valores distintas para cada direção da fibra (0° e 90°).



 $Figura~74-Condição~natural:~relação~entre~direção~da~fibra~(0^{\circ}~e~90^{\circ})~e~(a)~D_{f};~(b)~D_{t};~(c)~D_{s},~na~posição~crítica.$



Figura 75 – Condição higrotérmica: relação entre direção da fibra (0° e 90°) e (a) D_f ; (b) D_t ; (c) D_s , na posição crítica.



Figura 76 – Condição ultravioleta: relação entre direção da fibra (0° e 90°) e (a) D_f ; (b) D_t ; (c) D_s , na posição crítica.

A falta de sensibilidade de D_t já era prevista, já que esta medida está relacionada aos aspectos macroscópicos, não havendo uma uniformidade do relevo da fratura, já que esta é ocasionada por diferentes tensões locais na ponta da trinca. Por outro lado, D_s seria uma medida da resposta da microestrutura à ação dos diferentes carregamentos atuantes no momento da fratura, sendo de tração para a fibra a 0° e de cisalhamento para a fibra a 90°.

7 CONCLUSÃO

Analisando-se os resultados obtidos no presente trabalho pode-se concluir que:

- Sobre os condicionamentos e suas influências nos ensaios DCB:
 - Os condicionamentos higrotérmico e ultravioleta modificaram a estrutura do material, principalmente na distribuição da resina ao longo das fibras. No caso do higrotérmico, houve grande concentração de resina nos sítios intersticiais e ao redor dos cabos, tanto do urdume como da trama, enquanto que no ultravioleta houve um aumento na quantidade de vazios. Todas estas alterações fizeram com que houvesse uma fragilização do material e, consequentemente, uma redução no valor de G_{IC}, sendo que a maior diferença foi de 14,1% entre a condição natural e higrotérmica. Devido ao desvio-padrão ter sido menor que 10% em todas as condições, pode-se afirmar que o material sofreu processos uniformes de degradação, sendo indício de homogeneidade em seu processamento.
- Sobre resistência ao cisalhamento interlaminar (ensaio ILSS):

Houve uma redução na resistência ao cisalhamento interlaminar nas amostras que foram retiradas dos laminados submetidos aos condicionamentos ambientais, sendo de, aproximadamente, 10% para o material submetido ao condicionamento higrotérmico e 7% para o ultravioleta, comparados com os resultados da condição natural. Estes condicionamentos atacaram a matriz do compósito, degradando-a e tendo como efeito a redução da resistência ao cisalhamento.

• Sobre a dimensão monofractal (D_f):

De acordo com os dados apresentados, a resistência crítica à fratura (G_{IC}) não pode ser descrita através de uma relação com D_f , como proposto por Mecholsky, pois para cada corpo-de-prova houve um comportamento diferente entre estas duas variáveis, não sendo, dessa forma, a dimensão fractal uma propriedade do material. Sendo assim, a dimensão fractal deve estar relacionada ao avanço da trinca e a distribuição de tensões à sua frente, onde processos de fratura resultam em superfícies multifractais. Sobre a dimensão textural (D_t):

A dimensão textural descreve o macro-relevo da fratura, estando associado ao processo mecânico da fratura, à evolução irregular do campo de tensões e aos efeitos da velocidade de propagação da trinca. Em um contexto macroscópico, como é o caso de D_t , não foi encontrada correlação válida entre D_t e G_{IC} e D_t e G_I , pois com o aumento da velocidade de propagação da trinca, o avanço desta se tornou cada vez mais bidimensional e heterogêneo, apresentando para cada corpo-de-prova relações diferentes devido à velocidade de propagação que não era constante. D_t não pode descrever qualquer propriedade do material, pois se restringe à descrição local do processo de fratura. E, ainda, por se tratar de uma medida de validade local, é mais sensível ao erro experimental decorrente da precisão no posicionamento do corpo-de-prova para aquisição das imagens, o que torna difícil estabelecer experimentalmente a relação entre G_I e D_t , com as condições disponíveis no laboratório. Como D_t expressa a resposta do material às condições locais do processo, não houve uma relação entre D_t e *a* (distância de propagação da trinca).

• Sobre a dimensão estrutural (D_s):

A relação entre dimensão fractal e a resistência crítica à fratura (G_{IC}) só se verificou em escala microscópica (D_s), sendo pouco relevante para a descrição do contexto mecânico global da fratura, mas muito interessante para a análise do comportamento entrópico da resistência da microestrutura ao processo de propagação de trincas. D_s descreve o micro-relevo da fratura e está associado às forças envolvidas na ruptura das ligações atômicas ou, consequentemente, à associação dos micromecanismos e microestrutura. Assim, D_s descreve uma propriedade do material (G_{IC}) mas não o comportamento do processo ($G_I \times D_s$). Não houve uma relação entre D_s e *a*, porém o desvio-padrão dos dados foi menor que 1,0%, apresentando certa uniformidade dos resultados ao longo da fratura, o que indica uma constância na microestrutura do material, confirmando que esta medida é uma propriedade do material. Quanto à direção da fibra (trama ou

urdume), a única dimensão fractal sensível a isto foi a dimensão estrutural, pois é afetada pela disposição das interfaces fibra/resina e pela presença de *pullout*, sendo uma medida da resposta da microestrutura à ação dos diferentes modos de carregamento atuantes no momento da fratura, sendo de tração para a fibra a 0° e de cisalhamento para a fibra a 90° .

REFERÊNCIAS

ALEXANDER, D.J, Quantitative analysis of fracture surfaces using fractals, In: STRAUSS, B., PUTATUNDA, S. **Quantitative methods in fractography**, American Society for Testing and Materials, p. 39-51, 1990.

ALIF, N., CARLSSON, L.A., BOOGH, L., The effect of weave pattern and crack propagation direction on mode I delamination resistance of woven glass and carbon composites, **Composites Part B**, v.29B, p.603-611, 1998.

ARGÜELLES, A., VIÑA, J., CANTELI, A.F., CASTRILLO, M.A., BONHOMME, J., Interlaminar crack initiation and growth rate in a carbon-fibre epoxy composite under mode-I fatigue loading, **Composites Science and Technology**, v.68, p. 2325-2331, 2007.

ASTM Internacional, **ASTM D5229 M(2004):** Standard test method for moisture absorption properties and equilibrium conditioning of polymer matrix composite materials. West Conshohocken, PA, EUA, 2004.

ASTM Internacional, **ASTM D4329(2005):** Standard practice for fluorescent UV exposure of plastics. West Conshohocken, PA, EUA, 2005.

ASTM Internacional, **ASTM D2344(2006):** Standard test method for short-beam strength of polymer matrix composite materials and their laminates. West Conshohocken, PA, EUA, 2006.

ASTM Internacional, **ASTM D5528(2007):** Standard test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites. West Conshohocken, PA, EUA, 2007.

ATKINSON, K.E., KIELY, C., The influence of fibre surface properties on the mode of failure in carbon-fibre/epoxy composites, **Composites Science and Technology**, v.58, p.1917-1922, 1998.

BACKES, A.R., Implementação e comparação de métodos de estimativa da dimensão fractal e sua aplicação à análise e processamento de imagens. 2006. 97f.
Dissertação (Mestrado em Ciências de Computação) – Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação, USP, São Carlos, 2006.

BALANKIN, A.S., Models of self-affine cracks in brittle and ductile materials, **Philosophical Magazine Letters**, v.74, p.415-422, 1996.

BOTELHO, E.C., REZENDE, M.C., Caracterização mecânica de compósitos de poliamida/fibra de carbono via ensaios de cisalhamento interlaminar e de mecânica da fratura, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.12, n.3, p. 153-163, 2002.

BOTELHO, E.C., SCHERBAKOFF, N., REZENDE, M.C., Study of polyamide 6/6 synthesis carried out by interfacial polymerization on carbon fibre, **Polymer International**, v.51, p. 1261-1267, 2002.

BOTELHO, E.C., **Compósitos aeronáuticos processados a partir de fibras de carbono impregnadas com poliamida 6/6 via processo de polimerização interfacial**. 2002. 272f. Tese (Doutorado em Ciência) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2002.

BOYLE, M.A., MARTIN, C.J., NEUNER, J.D., Epoxy resins, In: MIRACLE, D.B., DONALDSON, S.L.. **ASM Handbook - Composites**, ASM International Handbook Committee, v. 21, p. 195-222, 2001.

CÂNDIDO, G.M., ALMEIDA, S.F.M., REZENDE, M.C., Processamento de laminados de compósitos poliméricos avançados com bordas maoldadas, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.10, n.1, p. 31-41, 2000.

CÂNDIDO, G.M., Influência do condicionamento ambiental na resistência à delaminação de borda livre em compósitos avançados. 2001. 234f. Tese (Doutorado em Ciência) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2001.

CARPINTERI, A., CHIAIA, B., CORNETTI, P., A fractal theory for the mechanics of elastic materials, **Materials Science & Engineering A**, v.365, p. 235-240, 2004.

CARPINTERI, A., PUGNO, N., Are scaling laws on strength of solids related to mechanics or to geometry?, **Nature Materials**, v.4, p. 421-423, 2005.

CHARKALUK, E., BIGERELLE, M., IOST, A., Fractals and fracture, **Engineering Fracture Mechanics**, v.61, p.119-139, 1998.

CHAWLA, K.K., **Composite materials: science and engineering**, 2.ed. New York: Springer, 1998. 483p.

CHEN, W.S., YUAN, S., HSIEH, C.M., Two algorithms to estimate fractal dimension of gray-level images, **Optical Engineering**, v.42, n. 8, p. 2452-2465, 2003.

CHHABRA, A., JENSEN, R.V., Direct determination of the $f(\alpha)$ singularity spectrum, **Physical Review Letters**, v. 62, p. 1327-1330, 1989.

CHUNG, D.D.L., Carbon fiber composites, Butterworth-Heinemann, 1994. 215p.

COSTA, M.L., Estabelecimento de parâmetros de processamento de compósitos estruturais via análise térmica e viscosimétrica, 1998. 142f. Dissertação (Mestrado em Ciência) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 1998.

COSTA, M.L., REZENDE, M.C., Resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos com resina epóxi com diferentes arranjos das fibras na presença de vazios, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.11, n.4, p. 182-189, 2001.

COSTA, M.L., Efeito do conteúdo de vazios no comportamento mecânico de compósitos avançados carbono/epóxi e carbono/bismaleimida, 2002. 175f. Tese (Doutorado em Ciência) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2002.

COSTA, M.L., REZENDE, M.C., ALMEIDA, S.F.M., Strength of higrothermally conditioned polymer composites with voids, **Journal of Composite Materials**, v.39, n.21, p. 1943-1961, 2005.

COSTA, M.L., REZENDE, M.C., BOTELHO, E.C., Estabelecimento de ciclo de cura de pré-impregnados aeronáuticos, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.15, n.3, p. 224-231, 2005.

COSTA, M.L., REZENDE, M.C., ALMEIDA, S.F.M., Effect of voids content on the moisture absorption in polymeric composites, **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v.45, p. 1-8, 2006.

COSTA NETO, P.L.O., Estatística, 2.ed. São Paulo: Editora Blücher, 2002. 266p.

CUNHA, J.A.P., Estudo do comportamento mecânico de compósitos poliméricos termorrígidos em atmosfera salina e condicionamento higrotérmico. 2004. 116f. Dissertação (Mestrado em Ciência) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2004.

FALCONER, K.J., Fractal geometry: mathematical and applications, John Wiley, 1990. 288p.

FARIA, M.C.M., **Avaliação do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas de compósitos de PPS/fibras contínuas**. 2008. 166f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

FOROUTAN-POUR, K., DUTILLEUL, P., SMITH, D.L., Advances in the implementation of the box-counting method of fractal dimension estimation, **Applied Mathematics and Computation**, v.105, p. 195-210, 1999.

FORSTER, B., VILLE, D.V., BERENT, J., SAGE, D., UNSER, M., Complex wavelets for extended depth-of-field: a new method for the fusion of multichannel microscopy images, **Microscopy Research and Technique**, v.65, p. 33-42, 2004.

FRANCO, L.A.L., Análise fractográfica de compósitos poliméricos estruturais.
2003. 168f. Dissertação (Mestrado em Físico-Química de Materiais) – Instituto
Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2003.

GOLDSMITH., N.T., Deep focus; a digital image processing technique to produce improved focal depth in light microscopy, **Image Anal Estereol**, v.19, p. 163-167, 2000.

GREENHALGH, E.S., Failure analysis and fractography of polymer composites, Woodhead Publishing in Materials, 2009. 595p.

HALSEY, T.C., JENSEN, M.H., KADANOFF, L.P., PROCACCIA, I., SHRAIMAN, B.I., Fractal measures and their singularities: the characterization of strange sets, **Physical Review A**, v. 33, p. 1141-1151, 1986.

HEIN, L.R.O., CAMPOS, K.A., CALTABIANO, P.C.R.O., HOROVISTIZ, A.L., 3-D reconstruction by extended depth-of-field in failure analysis – Case study I: Qualitative fractographic investigation of fractured bolts in a partial valve, **Engineering Failure Analysis**, v.17, p. 515-520, 2010.

HILL, T.J., DELLA BONA, A., MECHOLSKY JR., J.J., Establishing a protocol for measurements of fractal dimensions in brittle materials, **Journal of Materials** Science, v.36, p. 2651-2657, 2001.

HIPÓLITO, F.G.V., Efeito da radiação gama no comportamento na fratura de materiais compósitos de matriz epoxídica reforçada por fibra de vidro, 2005.
259f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2005.

HOROVISTIZ, A.L., **Técnicas e parâmetros para análise de perfis na fractografia quantitativa**, 2000. 156f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica -Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2000. HOROVISTIZ, A.L., RIBEIRO, L.M.F., CAMPOS, K.A., JESUÍNO, G.A., HEIN, L.R.O., Quantitative fractography under light microscopy: a digital image processing approach, **Praktische Metallographie**, vol. 40, p. 57-68, 2003.

HOROVISTIZ, A.L., CAMPOS, K.A., SHIBATA, S., PRADO, C.C.S., HEIN, L.R.O., Fractal characterization of brittle fracture in ceramics under mode I stress loading, **Materials Science and Engineering A**, vol. 527, p. 4847-4850, 2010.

HULL, D., Fractography: observing, measuring, and interpreting fracture surface topography, Cambridge University Press, 1999. 366p.

HULL, D., CLYNE, T.W., **An introduction to composite materials**, Cambridge University Press, 1996. 326p.

KARPERIEN, A., **FracLac for Image J**, version 2.5. Disponível em: <<u>http://rsb.info.nih.gov/ij/plugins/fraclac/FLHelp/Introduction.htm</u>>. 2007.

KATARELOS, D.T.G., KASHTALYAN, M., SOUTIS, C., GALIOTIS, C., Matrix cracking in polymeric composites laminates: modeling and experiments, **Composites Science and Technology**, v.68, p. 2310-2317, 2008.

KAYE, B., Image analysis techniques for characterizing fractal structures, In: AVNIR, D..**The fractal approach to heterogeneous chemistry**, John Wiley & Sons, p. 55-66, 1989.

KELLY, G., HALLSTRÖM, S., Strength and failure mechanisms of composite laminates subject to localized transverse loading, **Composite Structures**, v.69, p. 301-314, 2005.

KERLINS, V., Modes of fracture, In:____. **ASM Handbook - Fractography**, ASM International Handbook Committee, v. 12, p. 33-140, 1987.

KUMAR, B.G., SINGH, R.P., NAKAMURA, T., Degradation of carbon fiberreinforced epoxy composites by ultraviolet radiation and condensation, **Journal of Composite Materials**, v.36, n.24, p.2713-2733, 2002.

LEE, C.M., PEPPAS, N.A., Water transport in graphite/epoxy composites, **Journal of Applied Polymer Science**, v.47, p. 1349-1359, 1993.

LEVY NETO, F., PARDINI, L.C., **Compósitos estruturais**, Edgard Blucher, 2006. 309p.

LI, J., DU, Q., SUN, C., An improved box-counting method for image fractal dimension estimation, **Pattern Recognition**, v.42, p. 2460-2469, 2009.

LIAU, W.B., TSENG, F.P., The effect of long-term ultraviolet light irradiation on polymer matrix composites, **Polymer Composites**, v.19, n.4, p. 440-445, 1998.

LOPES, R., BETROUNI, N., Fractal and multifractal analysis: a review, Medical Image Analysis, v.13, p. 634-649, 2009.

MALLICK, P.K., Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design, New York: M. Dekker, 1993. 566p.

MANDELBROT, B.B., **The fractal geometry of nature**, W.H. Freeman & Company, 1983. 468p.

MARTINS, G.A., Estatística geral e aplicada, 2.ed. São Paulo: Atlas, 2002. 417p.

MASTERS, J.E., Basic failure modes of continuous fiber composites, In: American Society for Metals International. Composites, p. 781-785, 1987.

MATHEWS, M.J., SWANSON, S.R., Characterization of the interlaminar fracture toughness of a laminated carbon/epoxy composite, **Composites Science and Technology**, v.67, p. 1489-1498, 2007.

MAY, C.A., Introduction to epoxy resins, In:____. **Epoxy resins chemistry and technology**, Marcel Decker, p. 1-8, 1988.

MECHOLSKY JR., J.J., Estimating theoretical strength of brittle materials using fractal geometry, **Materials Letters**, v. 60, p. 2485-2488, 2006.

MIRACLE, D.B., DONALDSON, S.L., Introduction to composites, In:____. ASM Handbook - Composites, ASM International Handbook Committee, v. 21, p. 39-67, 2001.

MORGAN, P., **Carbon fibers and their composites**, Boca Raton: Taylor & Francis, 2005. 1153p.

O'BRIEN. T.K., Fracture mechanics of composite delamination, In: MIRACLE, D.B., DONALDSON, S.L.. **ASM Handbook - Composites**, ASM International Handbook Committee, v. 21, p. 589-604, 2001.

OGATA, K., Engenharia de controle moderno, Prentice/Hall do Brasil, 1985. 929p.

OLIVIER, P., COTTU, J.P., FERRET, B., Effects of cure cycles pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates, **Composites**, v.26, p. 509-515, 1995.

PAJARES, G., CRUZ, J.M., A wavelet-based image fusion tutorial, **Pattern Recognition**, v. 37, p. 1855-1872, 2004.

PARDINI, L.C., PERES, R.J.C., Tecnologia de fabricação de pré-impregnados para compósitos estruturais utilizados na indústria aeronáutica, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.6, n.2, p. 32-42, 1996.

PASSOS, L., **Contribuição ao estudo das propriedades físicas e mecânicas dos polímeros reforçados com fibras de carbono**, 2002. 94f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

PEREIRA, A.B., MORAIS, A.B., Mixed mode I + II interlaminar fracture of carbon/epoxy laminates, **Composites: Part A**, v.39, p. 322-333, 2008.

PILLAY, S., VAIDYA, U.K., JANOWSKI, G.M., Effect of moisture and UV exposure on liquid molded carbon fabric reinforced nylon 6 composite laminates, **Composites Science and Technology**, v.69, p.839-846, 2009.

PINHO, S.T., ROBINSON, P., IANNUCCI, L., Fracture toughness of the tensile and compressive fibre failure modes in laminated composites, **Composites Science and Technology**, v.66, p.2069-2079, 2006.

PLANGSANGMAS, L., MECHOLSY JR., J.J., BRENNAN, A.B., Determination of fracture toughness of epoxy using fractography, **Journal of Applied Polymer Science**, v.72, p.257-268, 1999.

POSADAS, A.N.D., GIMÉNEZ, D., BITTELLI, M., VAZ, C.M.P., FLURY, M., Multifractal characterization of soil particle-size distributions, **Soil Science Society of America Journal**, v.65, p.1361-1367, 2001.

PURSLOW, D., Some fundamental aspects of composites fractography, **Composites**, v.12, n.4, p. 241-247, 1981.

PURSLOW, D., Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites, Composites, v.17, n.4, p. 289-303, 1986.

QUINN, G.D., **Fractography of ceramics and glasses**, National Institute of Standards and Technology – Special Publication, 2007. 546p.

RASBAND, W.S., J. Image, U.S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, Disponível em: http://rsb.info.nih.gov/ij/, 1997–2008.

RUSS, J.C., Fractal surfaces, New York: Plenum Press, 1994. 309p.

SAKAR, N.; CHAUDHURI, B.B., An efficient differential box-counting approach to compute fractal dimension of image, **IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics**, v.24, p.115–120, 1994.

SELZER, R., FRIEDRICH, K., Mechanical properties and failure behavior of carbon fibre-reinforced polymer composites under the influence of moisture, **Composites Part A**, v. 28, p.595-604, 1997.

SILVA, T.J.C., Aplicação da espectroscopia de luminescência ao estudo de um sistema pré-impregnado carbono/epóxi submetido à imersão em água, 2005. 166f. Dissertação (Mestrado em Físico-Química de Materiais) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2005.

SLEIGHT, D.W., **Progressive failure analysis methodology for laminated composites structures**, Hampton: Langley Research Center, 1999.

SMITH, B.W., Fractography for continuous fiber composites, **In: American Society for Metals International, Composites**, p. 786-793, 1987.

SRIVASTAVA, V.K., HOGG, P., Moisture effects on the toughness, mode-I and mod-II of particle filled quasi-isotropic glass \pm fibre reinforced polyester resin composites, **Journal of Materials Science**, v. 33, p. 1129-1136, 1998.

STACH, S., CYBO, J., CHMIELA, J., Fracture surface – fractal or multifractal?, **Materials Characterization**, v. 26, p. 163-167, 2001.

STACH, S., CYBO, J., Multifractal description of fracture morphology: theoretical basis, **Materials Characterization**, v. 51, p. 79-86, 2003.

STACH, S., ROSKOSZ, S., CYBO, J., CWAJNA, J., Multifractal description of fracture morphology: investigation of the fractures of sintered carbides, **Materials Characterization**, v. 51, p. 87-93, 2003.

TODO, M., NAKAMURA, T., TAKAHASHI, K., Effects of moisture absorption on the dynamic interlaminar fracture toughness of carbon/epoxy composites, **Journal of Composite Materials**, v. 34, p. 630-648, 2000.

TSAI, S.W., HAHN, H.T., **Introduction to composite materials**, Technomic Publishing Company, 1980. 455p.

UNDERWOOD, E.E., BANERJI, K., Fractal analysis of fracture surface, In:____. ASM Handbook - Fractography, ASM International Handbook Committee, v. 12, p. 403-419, 1987.

XIE, H., WANG, J., STEIN, E., Direct fractal measurement and multifractal properties of fracture surfaces, **Physics Letters A**, v.242, p. 41-50, 1998.

WALSH. P.J., Carbon fibers, In: MIRACLE, D.B., DONALDSON, S.L.. ASM
Handbook - Composites, ASM International Handbook Committee, v. 21, p. 92-106, 2001.

WEST, J.K., MECHOLSKY JR., J.J., HENCH, L., The application of fractal and quantum geometry to brittle fracture, **Journal of Non-Crystalline Solids**, v.260, p. 99-108, 1999.