



UNIVERSIDADE D
COIMBRA

Hugo Samuel Jesus Silva

**RESISTÊNCIA À FADIGA DE COMPÓSITOS
IMPRESSOS EM 3D PARA APLICAÇÃO
AERONÁUTICA**

Dissertação no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica, na área de Produção e Projeto, orientada pelo Professor Doutor Paulo Nobre Balbis dos Reis e pelo Professor Doutor José Domingos Moreira da Costa e apresentada ao Departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra.

Julho de 2022

1 2



9 0

FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE
COIMBRA

Resistência à fadiga de compósitos impressos em 3D para aplicação aeronáutica

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Fatigue resistance of composites by 3D printing for aeronautical application

Autor

Hugo Samuel Jesus Silva

Orientadores

Paulo Nobre Balbis dos Reis

José Domingos Moreira da Costa

Júri

Presidente	Professora Doutora Ana Paula Bettencourt Martins Amaro Professora Auxiliar c/ Agregação da Universidade de Coimbra
Orientador	Professor Doutor Paulo Nobre Balbis dos Reis Professor Associado da Universidade de Coimbra
Vogais	Professor Doutor Ricardo Nuno Madeira Soares Branco Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra

Coimbra, julho, 2022

Aos meus pais e irmão

Agradecimentos

A realização desta dissertação só foi possível graças aos contributos e apoio de algumas pessoas, às quais não posso deixar de agradecer.

Aos meus orientadores, Professor Doutor Paulo Nobre Balbis dos Reis e ao Professor Doutor José Domingos Moreira da Costa, pela disponibilidade, pelo apoio, e pela orientação imprescindível ao longo deste período.

Ao Professor Doutor Luís Vilhena, pela ajuda na obtenção das imagens através do microscópio eletrónico de varrimento.

À Sara Valvez, pela disponibilidade e prontidão que mostrou na produção e entrega dos provetes, essenciais para a realização deste trabalho.

Aos meus pais, por todo o apoio que me deram para chegar até aqui e pelos sacrifícios que fizeram.

Ao meu irmão, pelo companheirismo e por ser o meu exemplo a seguir.

À minha namorada, Inês, pela sua presença constante e por todo o carinho.

Aos amigos que fiz ao longo deste percurso, assim como aos que me acompanham desde tempos anteriores, e aos meus colegas de casa destes cinco anos, pelos momentos que partilhámos.

O meu profundo obrigado a todos.

Resumo

O fabrico aditivo tem várias vantagens comparativamente aos processos de fabrico convencionais. No entanto, em particular para a tecnologia fabrico por filamento fundido (FFF), existem ainda desvantagens que impedem a sua utilização em aplicações estruturais, nomeadamente as fracas propriedades mecânicas. O uso de compósitos é uma estratégia utilizada para mitigar essas desvantagens, para além das suas interessantes propriedades, como boa resistência mecânica e baixo peso.

Existem já alguns estudos sobre compósitos fabricados por FFF, mas esses ainda não são suficientes para estabelecer um conhecimento aprofundado sobre os materiais produzidos por esta técnica. Exemplo disto é a resposta à fadiga, fenómeno de grande importância devido ao elevado número de falhas que provoca. Desses estudos, apenas parte é sobre fibras curtas, não existindo nenhum sobre compósitos híbridos envolvendo grafeno.

Assim, este estudo avaliou o comportamento à fadiga de dois tipos de provetes distintos produzidos por FFF, um com *lay-up quasi-isotropic* e outro com *lay-up* concêntrico, de um compósito com matriz HIPS reforçado com fibras de carbono curtas e grafeno. Realizaram-se ensaios de tração e de fadiga com uma razão de tensões de 0,05, avaliando-se a influência da frequência no número de ciclos até à rotura e no aumento de temperatura. Analisaram-se os ciclos de histerese, a energia associada aos mesmos e a perda de rigidez em fadiga de curta duração para avaliação da propagação de dano. Finalmente, utilizou-se um modelo energético para previsão da vida à fadiga e recorreu-se a imagens SEM para avaliar os modos de dano.

Verificou-se com este estudo o efeito da orientação dos filamentos e da porosidade interna nas propriedades mecânicas dos componentes, sendo a resistência mecânica maximizada quando os filamentos depositados têm todos a direção da carga. O compósito estudado é influenciado pela frequência, devido à natureza viscoelástica da matriz. Nota-se um aumento da temperatura com o aumento da frequência, e a diminuição da vida para frequências abaixo dos 5 Hz. O comportamento à fadiga do material é bilinear, sendo este governado principalmente pela fluência para cargas elevadas e propagação de fendas de fadiga para cargas baixas. Foi possível obter uma curva semelhante à S-N com o modelo energético, mas este não permitiu sobrepor as curvas para ensaios a diferentes frequências, como pretendido.

Palavras-chave: Fabrico aditivo, Fabrico por filamento fundido (FFF), Compósitos, Fadiga, Fibras curtas.

Abstract

Additive manufacturing has many advantages over conventional manufacturing methods. However, in particular for the fused filament fabrication technology (FFF), there are still disadvantages that hinder its usage for structural applications, like its weak mechanical properties. The usage of composites is a common strategy to mitigate those disadvantages, in addition to its interesting proprieties like good mechanical resistance and light weight.

Some studies about composites manufactured by FFF already exist, but they still aren't enough to establish a profound knowledge about the materials produced by this technic. An example of this is the response to fatigue, a very important phenomenon due to the high number of failures it is responsible for. From these studies, only a part is about short fibers, and none are about hybrid composites involving graphene.

Therefore, the fatigue behavior of two types of samples produced by FFF, one with quasi-isotropic lay-up and another with concentric lay-up, using a HIPS matrix composite reinforced with short carbon fibers and graphene, was evaluated. Tensile and fatigue tests with a stress ratio of 0,05 were performed, assessing the influence of frequency on the number of cycles to failure and the increase in temperature. The hysteresis cycles, their energy and the loss of stiffness in low cycle fatigue were analyzed to evaluate the damage propagation. Finally, an energy model was used for fatigue life prediction and SEM imaging was used to evaluate the damage modes.

With this study the effect of filament orientation and the internal porosity on the mechanical properties of the components was verified, being the mechanical resistance maximized when all filaments have the same direction as the load. The studied composite is influenced by frequency, due to the viscoelastic nature of the matrix. A rise in temperature with the increase of frequency is noticeable, as well as a decrease in fatigue life for frequencies bellow 5 Hz. The fatigue behavior of the material is bi-linear, being this mostly governed by creep in high loads, and fatigue crack propagation for low loads. A similar S-N curve was possible to obtain with the energetic model, but this did not allow an overlap for tests at different frequencies, as intended.

Keywords: Additive manufacturing, Fused filament fabrication (FFF), Composites, Fatigue, Short fibres.

Índice

Índice de Figuras	ix
Índice de Tabelas	xi
Simbologia e Siglas	xiii
Simbologia.....	xiii
Siglas e acrónimos	xiv
1. Introdução.....	1
2. Estado da arte.....	3
2.1. Tecnologia fabrico de filamento fundido.....	3
2.2. Compósitos por fabrico de filamento fundido	6
2.3. Fadiga.....	8
2.3.1. Parâmetros e modelos importantes	8
2.3.2. Fadiga de compósitos	10
3. Material e procedimento experimental	19
3.1. Material.....	19
3.2. Provetes.....	19
3.3. Ensaio de tração	21
3.4. Ensaio de fadiga	21
3.5. Imagens por microscópio eletrónico de varrimento.....	23
3.6. Algoritmos	24
4. Apresentação e discussão de resultados	25
4.1. Ensaio de tração	25
4.2. Ensaio de fadiga	28
4.2.1. Efeito da frequência na vida dos provetes	28
4.2.2. Efeito da tensão na vida dos provetes.....	30
4.2.3. Fadiga de curta duração	33
4.2.4. Ciclos de histerese e rigidez dinâmica.....	36
4.2.5. Modelo energético	39
4.3. Microscopia eletrónica de varrimento	42
5. Conclusões.....	49
5.1. Sugestões de trabalhos futuros.....	50
Referências bibliográficas	51
Apêndice A.....	57
Apêndice B	59

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Exemplo de vazios e fraca adesão entre filamentos depositados num provete produzido por FFF ensaiado à fadiga.	4
Figura 2.2. Parâmetros do processo FFF que afetam a resistência à fadiga. Adaptado de [11].	5
Figura 2.3. Esquema da extrusão de um compósito de fibras curtas e alinhamento das fibras. Adaptado de [18].	7
Figura 2.4. Ciclo de histerese e representação das áreas associadas à deformação plástica e elástica. Adaptado de [21].	10
Figura 2.5. a) Exemplo de um <i>scaffold</i> [41], b) Enchimento “ <i>concentric</i> ” de fibras longas [25], c) Enchimento “ <i>isotropic</i> ” de fibras longas [25], d) Enchimento “ <i>isotropic</i> ” de fibras longas com 2 anéis [27], e) Fibras contínuas entrelaçadas [31].	16
Figura 3.1. Esquema dos tipos de geometria interna, sendo 0° 45° e 90° correspondentes às várias direções dos filamentos no <i>lay-up Quasi-Isotropic</i> e, à direita, o <i>lay-up</i> concêntrico.	21
Figura 3.2. <i>Setup</i> dos ensaios de fadiga de curta duração, com máquina Instron ElectroPuls TM E10000 e extensómetro MTS 632.12C-20.	23
Figura 3.3. Microscópio eletrónico de varrimento Hitachi SU3800.	23
Figura 4.1. Gráfico tensão-deformação resultante dos ensaios de tração.	25
Figura 4.2. Modo de rotura em carregamento estático: a) provete <i>quasi-isotropic</i> ; b) provete concêntrico	27
Figura 4.3. a) Influência da frequência no número de ciclos até à rotura e b) Evolução da temperatura ao longo do ensaio para diferentes frequências.	28
Figura 4.4. Imagens térmicas da temperatura no provete, no início, meio e final do ensaio.	29
Figura 4.5. Curva S-N para ensaios de fadiga a 5 Hz para os provetes <i>quasi-isotropic</i> e concêntricos.	30
Figura 4.6. a) Evolução do deslocamento máximo e mínimo ao longo do ensaio em controlo de carga e b) Evolução da carga máxima e mínima ao longo do ensaio em controlo de deslocamento.	32
Figura 4.7. Curvas S-N para fadiga de curta duração, para os provetes <i>quasi-isotropic</i> e concêntricos.	33
Figura 4.8. Evolução da gama de deformação em fadiga de curta duração em controlo de carga. a) Comparação entre diferentes frequências e b) Comparação entre diferentes <i>lay-ups</i>	34
Figura 4.9. Evolução da temperatura ao longo do ensaio de curta duração.	35

Figura 4.10. Evolução dos ciclos de histerese ao longo do ensaio, com o número do ciclo respetivo no topo do ciclo, para provete concêntrico solicitado a uma tensão máxima de 80% da resistência à tração, a 5 Hz.	36
Figura 4.11. Representação do módulo de elasticidade dinâmico, a), e da rigidez dinâmica, b).	37
Figura 4.12. Comparação entre a evolução do módulo de elasticidade e rigidez dinâmica, para provete concêntrico solicitado a uma tensão máxima de 80% da resistência à tração, a 5 Hz.	38
Figura 4.13. Comparação da evolução do módulo de elasticidade dinâmico a) Entre ensaios a diferentes frequências e b) Entre diferente tipo de provetes.	39
Figura 4.14. Curva densidade de energia de deformação total média-número de ciclos até à rotura.	40
Figura 4.15. Comparação da evolução da densidade de energia ao longo do ensaio a) Entre ensaios a diferentes frequências e b) Entre diferente tipo de provetes.	42
Figura 4.16. Fractografia de um provete concêntrico a uma carga máxima de 25% da resistência à tração e um pormenor mostrando uma boa adesão entre dois filamentos.	43
Figura 4.17. Vista lateral da zona de rotura a) <i>quasi-isotropic</i> a 90%, b) <i>quasi-isotropic</i> a 70%, c) <i>quasi-isotropic</i> a 25%, d) concêntrico a 90%, e) concêntrico a 60%, f) concêntrico a 20% de tensão máxima em relação à resistência à tração.	44
Figura 4.18. Vista frontal da zona de rotura para provetes <i>quasi-isotropic</i> a a) 90%, b) 60% e c) 28 % de tensão máxima em relação à resistência à tração.	46
Figura 4.19. Pormenor de uma fissura de fadiga.	47
Figura 4.20. Exemplo de delaminação entre filamentos.	47
Figura 4.21. Progressão de fenda de fadiga para provete concêntrico.	47
Figura A.1 Fluxograma do algoritmo de máximos e mínimos.	57
Figura B.1 Fluxograma do algoritmo para cálculo de energias associadas aos ciclos de histerese.	60
Figura B.2 Fluxograma dos subprogramas, A, B e C, da Figura B.1, correspondentes ao cálculo da área de cada ciclo, cálculo da rigidez dinâmica e cálculo da área média dos ciclos, respetivamente.	60

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1. Propriedades do material G6-Impact.	19
Tabela 3.2. Parâmetros de fabrico utilizados.	20
Tabela 4.1. Propriedades resultantes dos ensaios de tração.	26

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Simbologia

α_t – Expoente do critério de falha à fadiga do modelo energético

C – Coeficiente da curva S-N

D – Dano total

$\Delta\delta$ – Gama de deslocamento

$\Delta\varepsilon_e$ – Gama de deformação elástica

ΔP – Gama de carga

$\Delta\sigma$ – Gama de tensão

$\Delta\sigma_{eq}$ – Tensão equivalente

ΔW_{e+} – Densidade de energia de deformação elástica positiva

ΔW_p – Densidade de energia de deformação plástica

ΔW_t – Densidade de energia de deformação total

ΔW_{0t} – Densidade de energia elástica no limite de fadiga

E – Módulo de elasticidade

E_d – Módulo de elasticidade dinâmico

E_{d0} – Módulo de elasticidade dinâmico inicial

K_d – Rigidez dinâmica

K_{d0} – Rigidez dinâmica inicial

k_t – Coeficiente do critério de falha à fadiga do modelo energético

m – Expoente da curva S-N

N – Número de ciclos

N_r – Número de ciclos até à rotura

R – Razão de tensões

Siglas e acrónimos

ABS – Acrilonitrilo-butadieno-estireno

CAD – *Design* assistido por computador

FDM – *Fused deposition modeling*

FFF – Fabrico por filamento fundido

FV – Fibra de vidro

HA – Hidroxiapatita

HIPS – Poliestireno de elevada resistência ao impacto

MEV – Microscopia eletrónica de varrimento

PLA – Poli(ácido láctico)

QI – *Quasi-isotropic*

rOG – Óxido de grafeno reduzido

SEM – *Scanning electron microscopy*

TPU – Poliuretano termoplástico

1. INTRODUÇÃO

O interesse pelas tecnologias de fabrico aditivo tem vindo a crescer ao longo do tempo devido ao seu potencial para produzir componentes com geometrias complexas de forma rápida e barata. A tecnologia mais utilizada é a FFF - fabrico por filamento fundido – devido à sua facilidade de uso e baixos custos. No entanto, esta apresenta sérias desvantagens que desaceleram a sua adoção, como as fracas propriedades mecânicas dos componentes, a sua anisotropia e o fraco acabamento superficial.

Os compósitos de matriz polimérica termoplástica, possíveis de utilizar com a tecnologia FFF, vêm corrigir algumas dessas desvantagens, para além do interesse acrescido associado às suas boas propriedades mecânicas e baixo peso. Todavia, estes materiais só serão viáveis se for assegurada a sua resistência a cargas dinâmicas e a sua longevidade, sendo essencial o estudo da sua resistência à fadiga. A importância dos estudos experimentais de fadiga destes componentes é, ainda, reforçada devido à complexidade não só dos próprios compósitos, mas também associada ao próprio processo de fabrico.

O principal objetivo deste trabalho consiste no estudo do comportamento à fadiga de compósitos fabricados por FFF, nomeadamente um compósito de matriz polimérica HIPS reforçado com grafeno e fibras de carbono. Para tal, estudou-se o comportamento à fadiga do material tanto para vidas curtas como para vidas longas e definiu-se a curva S-N. Para vidas longas foram realizados ensaios em controlo de carga, mas também em controlo de deformação e foi comparada a diferença de resistência entre eles. Foi estudada a influência da frequência no número de ciclos até à rotura, mantendo constante a tensão e a evolução da temperatura foi adquirida com o auxílio de um termovisor. Duas frequências, 1 Hz e 5 Hz, foram utilizadas e comparadas nos ensaios de vidas curtas. Nestes, utilizaram-se os ciclos de histerese e a degradação da rigidez para avaliar a propagação de dano e avaliou-se a aplicabilidade de um modelo energético para previsão da vida à fadiga. Nestes vários passos foi-se comparando o efeito na resistência à fadiga de dois tipos de provetes distintos. Por fim, analisaram-se os mecanismos de fratura através de imagens obtidas a partir de um microscópio eletrónico de varrimento.

O presente documento é constituído por cinco capítulos. O primeiro capítulo corresponde à introdução. No segundo capítulo é feita uma revisão bibliográfica sobre a tecnologia de fabrico aditivo FFF, sobre o uso de compósitos nesta tecnologia e sobre fadiga de compósitos. É feita também uma breve apresentação dos conceitos relacionados com fadiga mais importantes para o estudo e, por fim, é apresentado um levantamento dos estudos já existentes sobre fadiga de compósitos fabricados por FFF. No terceiro capítulo descreve-se o material e apresenta-se a metodologia seguida. No quarto capítulo apresentam-se e discutem-se os resultados obtidos. Por fim, no último capítulo são apresentadas as conclusões retiradas deste estudo, assim como propostas para trabalhos futuros.

2. ESTADO DA ARTE

2.1. Tecnologia fabrico por filamento fundido

Nos últimos tempos tem havido um crescente interesse pelos vários métodos de fabrico aditivo. De acordo com a norma ASTM 52900-15 [1], existem 7 tecnologias de fabrico aditivo: a extrusão de material, jato de material, jato de ligante, fotopolimerização em cuba, fusão em cama de pós, deposição direta de energia e laminação de folhas.

O presente estudo centra-se em torno da tecnologia FFF - *fused filament fabrication*, inserida na tecnologia de extrusão de material, comumente designada por FDM - *fused deposition modeling* - sendo este o nome comercial dado pela Stratasys em 1989. Este método de produção, anteriormente utilizado quase exclusivamente para prototipagem, tem vindo a ser desenvolvido de modo a poder ser utilizado para o fabrico de componentes acabados para aplicações estruturais, principalmente devido às vantagens que apresenta comparativamente com os processos de fabrico convencionais, nomeadamente a possibilidade de produzir componentes com elevada complexidade e geometrias internas, a liberdade de design que permite, o uso de vários materiais, o menor desperdício, custos baixos e tempos de fabrico curtos. No entanto, este método ainda apresenta sérias desvantagens, como as fracas propriedades mecânicas dos componentes e sua anisotropia, fraco acabamento superficial e a necessidade de otimização dos parâmetros de fabrico [2].

A tecnologia FFF consiste na extrusão de material polimérico termoplástico, ou compósitos de matriz polimérica, por uma extrusora aquecida, que é depositado na cama ou no restante material já extrudido, solidificando. Mais comumente, o material vem na forma de filamento, embora também existam soluções que utilizam *pellets*. O procedimento seguido para obtenção de peças produzidas por FFF consiste na criação de um modelo 3D da peça desejada num *software* CAD, o posterior *slicing* da mesma, que, no fundo, consiste na divisão da peça em vários planos, cada um com uma trajetória a ser seguida, gerando um comando numérico que, por fim, é lido pela impressora, dando-se a impressão do componente [3].

Com a crescente adoção desta tecnologia para criação de componentes sujeitos a esforços ao longo da sua vida, é necessário a compreensão do processo e da razão das

incertezas associadas ao mesmo, de modo a serem resolvidas e aumentar a sua aplicabilidade. Em geral, as propriedades mecânicas de componentes poliméricos fabricados por FFF são inferiores às obtidas por métodos tradicionais, como a injeção [4]. No entanto, com uma otimização dos parâmetros de fabrico é possível alcançar propriedades semelhantes, ou mesmo superiores [5].

A resistência mecânica destes componentes depende principalmente da resistência intra-filamento, ou seja, das propriedades mecânicas do material extrudido, fator principal quando a direção da carga é igual à direção dos filamentos, mas também inter-filamento, resistência essa dependente, por exemplo, de problemas de adesão entre camadas e resistência ao corte nessa interface de ligação [6]. Devido ao próprio processo de deposição de material camada a camada e devido à forma elíptica dos filamentos depositados, os componentes apresentam, inevitavelmente, vazios entre as camadas e os filamentos vizinhos, o que provoca uma diminuição da área efetiva de transmissão de carga e o surgimento de concentração de tensões, levando às fracas propriedades mecânicas associadas a este processo de fabrico [7], [8]. Alguns destes problemas são representados na Figura 2.1.

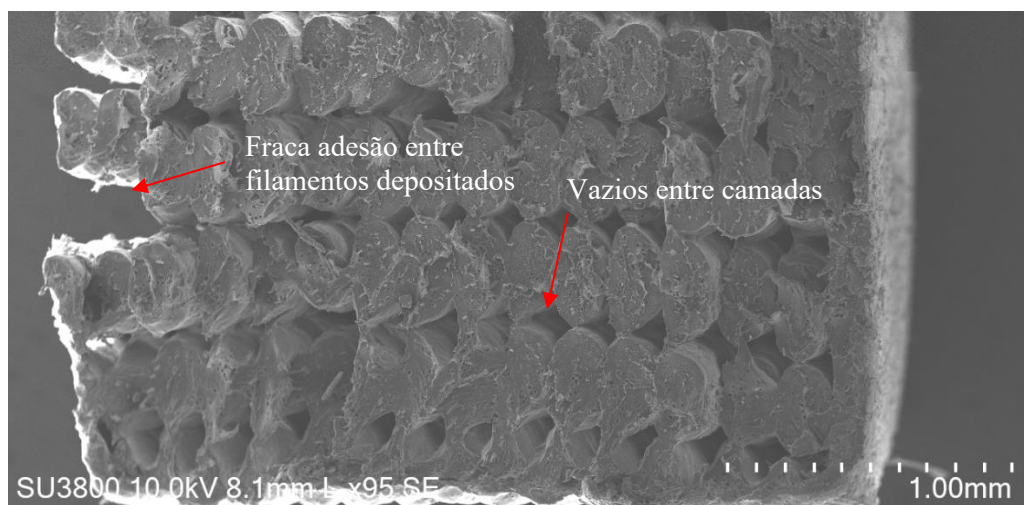


Figura 2.1. Exemplo de vazios e fraca adesão entre filamentos depositados num provete produzido por FFF ensaiado à fadiga.

A existência de vazios, aliada à eventual fraca adesão entre camadas e filamentos vizinhos, é a principal causa da anisotropia dos componentes, isto é, as suas propriedades mecânicas não são iguais em todas as direções. A maior alteração de resistência mecânica verifica-se para a direção ZZ, ou seja, na direção normal ao plano de impressão, onde a resistência mecânica pode ser metade da verificada para a direção do plano de impressão [9]. Para além disso, existe anisotropia no próprio plano de impressão, verificando-se uma

maximização da resistência quando os filamentos têm a mesma direção que a carga, 0° , e uma minimização da resistência mecânica quando os filamentos são depositados com uma direção perpendicular à carga, 90° , já que neste caso a resistência mecânica fica sujeita à menor área de contacto entre filamentos vizinhos devido aos vazios [3].

Um ponto importante a ter em consideração aquando da utilização desta tecnologia é a importância que os parâmetros de fabrico terão quer nas propriedades mecânicas dos componentes, quer no grau de anisotropia dos mesmos, já que estes terão impacto na formação de vazios e na coesão entre filamentos depositados [7], [8]. É, assim, essencial o estabelecimento dos parâmetros de fabrico ótimos a serem utilizados, de modo a garantir uma otimização da resistência mecânica dos materiais e aumentar o seu potencial de utilização em situações reais [10]. Os parâmetros que afetam a resistência à fadiga são apresentados na Figura 2.2.

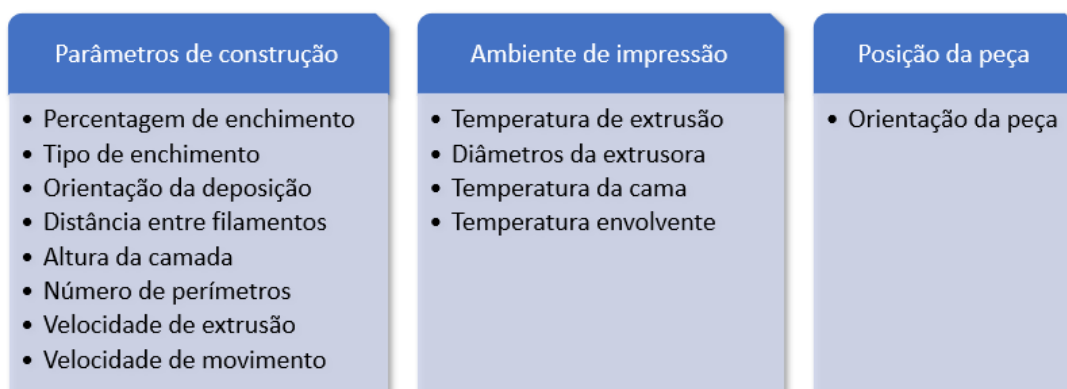


Figura 2.2. Parâmetros do processo FFF que afetam a resistência à fadiga. Adaptado de [11].

No FFF a energia térmica é insuficiente para haver uma completa adesão entre filamentos vizinhos, pois o filamento depositado arrefece rapidamente [4]. A porosidade associada aos vazios entre camadas é um fator essencial a minimizar, assim como melhorar a adesão entre as camadas, que depende de três fatores: a área de contacto, coalescência e difusão molecular [12]. Assim, os parâmetros devem ser otimizados com o objetivo de melhorar estes fatores, como, por exemplo, maiores temperaturas para aumentar a fluidez e a energia disponível para ocorrer adesão entre camadas e difusão molecular, e, portanto, uma diminuição dos vazios e melhoria das propriedades. Uma menor velocidade aumenta, também, a energia disponível e o tempo para que ocorra difusão molecular. Um maior caudal extrudido permite ocupar mais facilmente os vazios, aumentando a área de transmissão de carga e, conseqüentemente, aumentar a resistência mecânica [6][13].

As propriedades mecânicas de componentes fabricados por FFF mostram-se também bastante sensíveis às condições externas, como temperatura ambiente. Devido ao aquecimento da base, fator necessário para a impressão da maior parte dos materiais, ocorrerá um diferencial de temperatura, tanto mais elevado quanto maior a altura do componente, o que leva ao aparecimento de tensões residuais devido à contração das partes mais frias e à distorção da peça, dificultando a impressão de peças de grandes dimensões [14].

2.2. Compósitos por fabrico por filamento fundido

Os compósitos têm vindo a ser cada vez mais utilizados com o objetivo de corrigir algumas das desvantagens do processo FFF, em especial melhorar as propriedades mecânicas dos componentes, optando-se principalmente por compósitos reforçados com fibras [15].

Os compósitos, resultantes da combinação de dois ou mais materiais que constituem distintos domínios de fase (não gasosos) em que pelo menos um é uma fase contínua, aqui denominada de matriz, têm especial interesse graças às boas propriedades mecânicas associadas ao seu baixo peso. Estes materiais têm um interesse acrescido para a tecnologia FFF, pois esta permite a extrusão de compósitos de matriz termoplástica reforçada, por exemplo, com partículas ou fibras e, mais recentemente, permite a utilização de fibras contínuas. Os reforços mais comuns para filamentos compósitos de matriz polimérica são partículas de metal e cerâmicos, materiais naturais, como madeira, e fibras, como fibra de vidro, carbono e kevlar. As fibras utilizadas podem ser contínuas ou descontínuas.

O tipo de reforço utilizado, assim como a sua quantidade e interação com a matriz, é muito importante, pois estes fatores têm um efeito muito variado nas propriedades mecânicas do compósito. Geralmente a adição de reforços à matriz polimérica faz com que surjam vazios intra-filamento, o que provoca o efeito de concentração de tensões. O tipo de reforço mais interessante são as fibras, já que o aumento da porosidade intra-filamento é reduzido e observa-se um alinhamento da maioria das fibras com a direção da extrusão, aumentando a resistência do material quando sujeito a esforços com direção igual à deposição [13][16]. O alinhamento das fibras, assim como o processo de fabrico, encontram-se esquematizados na Figura 2.3. O uso de fibras pode também retardar a iniciação e a propagação das fendas na matriz [17].

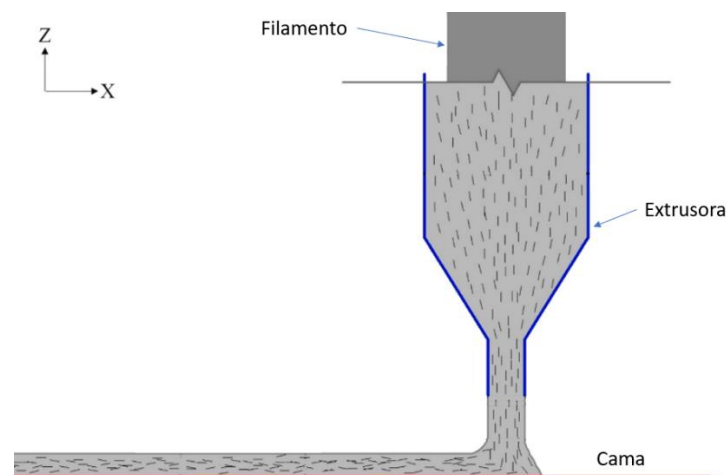


Figura 2.3. Esquema da extrusão de um compósito de fibras curtas e alinhamento das fibras. Adaptado de [18].

A adição de reforço à matriz polimérica também pode ser muito útil na correção da anisotropia dos componentes, já que os reforços certos podem reduzir a viscosidade, aumentando a fluidez e proporcionando uma melhor adesão entre os filamentos vizinhos, resultando numa redução dos vazios entre camadas [4]. Por outro lado, a adição de fibras, embora possa aumentar a fluidez e diminuir os vazios entre camadas, geralmente não altera significativamente a anisotropia, já que o alinhamento das fibras com a deposição fará com que não se altere substancialmente a diferença entre a resistência mecânica dos componentes quando solicitados numa direção perpendicular e numa direção paralela à deposição de filamentos [13].

Outra desvantagem que consegue ser corrigida é a distorção das peças. O uso de algumas fibras, como as fibras de carbono, permitem aumentar a condutividade do material e diminuir a distorção devido às diferentes taxas de arrefecimento, permitindo o fabrico de peças de grande dimensão [15].

Embora causem um aumento da resistência do componente, o uso de fibras descontínuas não permite chegar a valores próximos da resistência do alumínio. Por outro lado, o uso de fibras contínuas é uma estratégia que leva a melhores resultados, chegando a obter-se valores de resistência à tração iguais ou superiores aos do alumínio, embora a rigidez seja cerca de metade [13].

O presente estudo foca-se num compósito de fibras curtas de carbono e grafeno. O uso de fibras curtas, embora não tanto como as fibras contínuas, permite uma melhoria das propriedades mecânicas, com a vantagem de ser facilmente utilizado na tecnologia FFF, mesmo com as impressoras mais simples, sendo também mais baratos.

2.3. Fadiga

Com o interesse crescente na utilização de componentes fabricados por FFF, em especial para aplicações onde as peças precisam de suportar esforços, surge a necessidade de estudar as suas propriedades mecânicas. Uma dessas propriedades é a resistência à fadiga, propriedade bastante importante a ter em conta aquando do *design* e dimensionamento de componentes, principalmente quando estes estão sujeitos a cargas cíclicas. Este será o foco do presente trabalho, devido à sua importância e ao reduzido número de estudos nesta área.

A fadiga é um mecanismo de dano progressivo, muitas vezes não detetado, e é responsável por um elevado número de falhas de componentes. Falhas por fadiga ocorrem para cargas dinâmicas, cíclicas ou não, mesmo quando a tensão a que os componentes estão sujeitos é inferior àquela que se espera que os componentes aguentem numa situação de cargas estáticas, devido à propagação lenta de fendas no material, podendo levar a uma falha catastrófica. Em particular na indústria aeronáutica, mas também noutras, é crítico o estudo da fadiga de compósitos, devido à sua crescente utilização e ao facto da sua falha colocar em risco a segurança humana.

2.3.1. Parâmetros e modelos importantes

As formulações geralmente utilizadas para descrever o fenómeno de fadiga já foram extensivamente exploradas na literatura, e, portanto, apenas se fará uma breve descrição dos aspetos mais importantes e das formulações utilizadas.

Certas características dos componentes, como o acabamento superficial, danos e tensões residuais têm um grande impacto na resistência à fadiga. O tipo de carga, assim como tensão média, dada pela média entre a tensão máxima e mínima, a amplitude de tensão, metade da diferença entre a tensão máxima e mínima, a razão de tensões, dada pela razão entre a tensão mínima e a tensão máxima, são fatores importantes associados ao ensaio.

O comportamento à fadiga é muitas vezes representado através da curva S-N, num gráfico com, geralmente, escala bi-logaritmica, onde no eixo das ordenadas temos a tensão e no eixo das abcissas o número de ciclos até à rotura, o que permite relacionar o número de ciclos até à rotura do material com a tensão aplicada a uma determinada relação de tensões. Através da curva S-N é possível retirar a tensão limite de fadiga, que representa a tensão abaixo da qual o material tem vida infinita. Por outras palavras, quando a tensão aplicada é menor que a tensão limite de fadiga, não ocorrerá rotura do material.

A equação da curva S-N pode ser dada por

$$\Delta\sigma^m N_r = C, \quad (2.1)$$

onde $\Delta\sigma$ representa a gama de tensão, N_r o número de ciclos até à rotura e C e m são constantes obtidas através dos dados experimentais, correspondendo ao coeficiente e expoente, respetivamente.

Em materiais com um comportamento viscoelástico, ensaios em controlo de deslocamento levam à relaxação de tensões, o que resulta numa diminuição da carga ao longo do ensaio. Assim, de modo a representar os dados num gráfico tensão - número de ciclos até à rotura, é necessário utilizar a lei de Minner, que dita que o dano resultante de cada bloco é cumulativo,

$$D = \sum_{i=1}^n \frac{N_i}{N_{r,i}}, \quad (2.2)$$

onde N_i é o número de ciclos a uma determinada gama de tensões, $N_{r,i}$ o número de ciclos até à rotura para essa gama de tensões e n o número total de blocos.

Através da substituição da equação (2.1) na equação(2.2), e desprezando o limite de fadiga, é possível obter a tensão equivalente, $\Delta\sigma_{eq}$:

$$\Delta\sigma_{eq} = \left(\frac{\sum_{i=1}^n N_i \Delta\sigma_i^m}{\sum_{i=1}^n N_i} \right)^{\frac{1}{m}}. \quad (2.3)$$

2.3.1.1. Modelos energéticos

Os ciclos de histerese são uma ferramenta muito útil para se compreender o comportamento à fadiga dos materiais. A área associada ao ciclo de histerese corresponde à energia perdida durante o carregamento e descarga do ciclo. Assim, surgiram vários modelos energéticos que pretendem prever a vida à fadiga através da análise dos ciclos de histerese.

Para além da curva S-N, neste trabalho estudou-se também a aplicabilidade do modelo energético de Golos e Ellyin [19], [20], representado pela equação (2.4), que permite contabilizar o efeito da tensão média. A densidade de energia de deformação total, ΔW_t , é obtida através da soma da densidade de energia de deformação plástica, ΔW_p , e da densidade de energia de deformação elástica positiva, ΔW_{e+} , que correspondem, respetivamente, à área a cinzento mais escuro e à área a cinzento mais claro a tracejado, da Figura 2.4,

$$\Delta W_t = \Delta W_p + \Delta W_{e+}. \quad (2.4)$$

Assim, com a abordagem anterior, o critério de falha devido a fadiga é dado por

$$\Delta W_t = k_t (2N_r)^{\alpha_t} + \Delta W_{0t}, \quad (2.5)$$

onde k_t e α_t são parâmetros do material obtidos através dos dados experimentais, ΔW_{0t} é a densidade de energia elástica no limite de fadiga do material e $2N_r$ o número de reversões até à rotura.

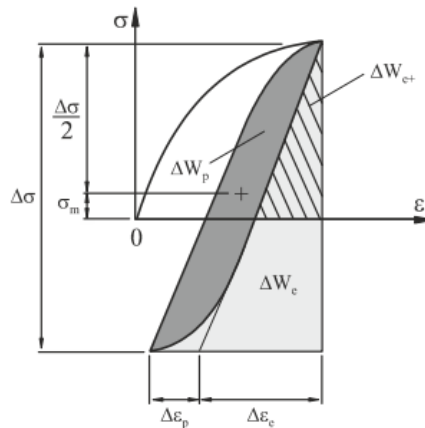


Figura 2.4. Ciclo de histerese e representação das áreas associadas à deformação plástica e elástica. Adaptado de [21].

De modo a calcular a densidade de energia elástica positiva é necessário ajustar uma função linear à zona inicial da descarga do ciclo de histerese. O coeficiente dessa função, que representa o declive na reta, é o módulo de elasticidade dinâmico do material, E_d . Com o módulo de elasticidade dinâmico e a gama de tensão é possível obter a gama de deformação elástica, $\Delta\varepsilon_e$, utilizando a lei de Hooke,

$$\Delta\varepsilon_e = \frac{\Delta\sigma}{E_d}. \quad (2.6)$$

A densidade de energia de deformação elástica positiva é então dada por:

$$\Delta W_{e+} = \frac{1}{2} \Delta\sigma \Delta\varepsilon_e = \frac{1}{2} \frac{\Delta\sigma^2}{E_d}. \quad (2.7)$$

2.3.2. Fadiga de compósitos

O comportamento à fadiga de polímeros, e, portanto, de compósitos de matriz polimérica, é diferente do verificado para aços, por exemplo. Os materiais poliméricos têm um comportamento viscoelástico, isto é, o seu comportamento apresenta tanto uma componente elástica, como uma componente viscosa. Um comportamento viscoso significa

que a resposta do material depende não só da deformação, como da velocidade de deformação, sendo assim dependente também do tempo. Nestes materiais, a fluência, ou seja, a deformação quando a carga é constante, é verificada mesmo à temperatura ambiente.

Para além disso há uma tendência de aumento de temperatura devido ao aquecimento associado à histerese. Para compósitos de matriz polimérica o aumento de temperatura tende a ser reforçado, pois para além da matriz, a presença de reforços induz concentrações de tensões e fricção entre matriz e reforço [22].

Assim, para além das muitas variantes que o processo de fabrico FFF introduz nas propriedades mecânicas e na resistência à fadiga dos componentes, já apresentadas na secção 2.1, os próprios compósitos adicionam complexidade ao fenómeno de fadiga. O tipo de reforço, dispersão e quantidade do reforço, processamento, interface entre reforço e matriz são parâmetros gerais que influenciam a resistência à fadiga do compósito. Se o reforço for fibras, então é também importante o comprimento, diâmetro, orientação e resistência das fibras [23].

Os mecanismos de dano devido à fadiga geralmente encontrados em compósitos com fibras são a separação das fibras e matriz, delaminação, rotura da matriz, microfissuração (*crazing*), *pull-out* de fibras e a sua rotura [22], [24].

2.3.2.1. Estudos sobre fadiga de compósitos fabricados por FFF

Apresenta-se de seguida um apanhado dos vários estudos já realizados sobre fadiga de compósitos fabricados por FFF. Através da busca em bases de dados de artigos científicos, e posterior cruzamento de referências, encontrou-se um total de 20 artigos sobre o tema, sendo 3 sobre aplicações biomédicas, 8 sobre fibras contínuas e 9 sobre fibras descontínuas e outros reforços.

Pelo estudo de revisão de Shanmugam *et al.* [11] é facilmente observável a discrepância entre a quantidade de estudos de fadiga de polímeros e de compósitos de matriz polimérica fabricados por FFF. Ainda assim, os autores destacam o insuficiente número de estudos tanto para polímeros como para compósitos, assim como a sua importância devido ao próprio processo de fabrico que torna o fenómeno mais complexo.

Agarwal *et al.* [25] compararam a resistência à fadiga de compósitos com matriz de epoxy e fibras de vidro produzidos através métodos de produção de compósitos convencionais, moldação manual e moldação manual por contacto, com um compósito de matriz de nylon e fibras de vidro, obtidos através de fabrico aditivo. Verifica-se que o fabrico

aditivo permite obter peças de maior resistência que os processos tradicionais desde que se garanta a otimização dos parâmetros de fabrico, como uma fração volúmica de fibra suficiente e um alinhamento das fibras com a carga. A fratura das fibras é irregular ao longo da secção transversal.

As propriedades mecânicas dos compósitos quando reforçados com fibras contínuas são bastante superiores quando comparadas com fibras curtas. Brooks *et al.* [26] estudaram o efeito da adição de fibras contínuas a uma matriz de PLA. Os provetes consistem numa base de PLA sem reforço impressa com cavidades, onde foram manualmente adicionadas as fibras, fixas ao PLA com resina epoxy. A adição das fibras provoca um grande aumento da resistência à tração do material, e para uma mesma tensão de 80% da resistência à tração, os compósitos apresentam uma vida 428 vezes superior quando comparados com PLA sem reforço. Os furos das cavidades serviram como pontos de concentração de tensões, surgindo aí fendas que se propagaram levando à delaminação do componente e posterior fratura tanto da matriz como das fibras.

Atualmente existem tecnologias de impressão 3D capazes de extrudir simultaneamente filamento comum, e fibras contínuas, como é o caso da impressora desenvolvida pela Markforged, simplificando o fabrico aditivo de compósitos com fibras contínuas e permitindo a criação de componentes com elevada resistência mecânica. Assim, Imeri *et al.* [27] compararam diferentes reforços, fibras de carbono, kevlar e vidro, em matriz de nylon. Conclui-se que as fibras de carbono permitem obter componentes com maior resistência à fadiga, seguindo-se de fibras de vidro e, finalmente, kevlar. Os autores estudaram também a influência do enchimento, representado na Figura 2.5 b) e c), chegando-se à conclusão de que uma orientação das fibras igual à da carga dão origem a maiores vidas, o melhor enchimento é o “*isotropic*” sem, ou com apenas um anel, sendo que a adição de mais anéis piora os resultados, verificando-se o contrário para o enchimento “*concentric*”. Conclusões semelhantes foram retiradas por Mohammadzadeh *et al.* [28] e, adicionalmente, com uma análise à fratura através de SEM, concluiu-se que os principais mecanismos de rotura são a separação entre a fibra e a matriz e quebra das fibras. As fibras com maior compacidade e mais uniformemente orientadas foram as de carbono, sendo estas as que apresentam maior resistência à fadiga. Pertuz *et al.* [29] obtiveram resultados semelhantes, sendo que se concluiu adicionalmente que um enchimento triangular de 20%, comparativamente com

50% e 50% hexagonal, leva a maiores vidas, e também que um enchimento com 2 anéis e 4 camadas de fibras leva a uma resistência superior que 4 anéis e 2 camadas, Figura 2.5 d).

Com a mesma tecnologia, Giannakis *et al.* [30] estudaram o comportamento à fadiga de componentes de Nylon reforçados com fibras de carbono contínuas. Concluiu-se que o Nylon não tem uma grande influência na resistência à fadiga do componente, obtendo-se vidas na ordem dos 10^6 ciclos para cargas ligeiramente acima de 70% da resistência à tração, mostrando a insensibilidade à fadiga das fibras de carbono. Ekoi *et al.* [31] compararam a resistência à fadiga de fibras de carbono contínuas *woven* e *nonwoven*, ou seja, entrelaçadas e não entrelaçadas, Figura 2.5 e), impregnadas com poliamida 66. Embora os componentes não entrelaçados, com fibras unidirecionais, apresentem uma resistência à tração superior, em termos de tensão relativa as fibras de carbono entrelaçadas apresentam uma resistência à fadiga superior, colocando-se a hipótese de que este resultado pode ser explicado pela maior porosidade encontrada nas fibras não entrelaçadas, causando uma diminuição da sua resistência à fadiga. Para os compósitos não entrelaçados a falha ocorreu por quebra de fibras em várias regiões, ocorrendo também delaminação, enquanto para os compósitos entrelaçados a falha ocorreu por *pull-out* da fibra na zona entre duas células, devido à concentração de tensões.

Estudos sobre as propriedades mecânicas de compósitos de fibras contínuas fabricados por FFF foram levantados por Díaz-Rodríguez *et al.* [32], encontrando apenas dois relacionados com fadiga. Verifica-se que, embora a quantidade de fibras seja muito próxima (9 e 12%), não existe uma relação muito próxima entre as suas curvas S-N, justificando-se a diferença pela diferente razão de tensões ($R=-1$ e $R=0,1$), e diferente tratamento estatístico.

Devido a razões de sustentabilidade, o interesse por materiais naturais, e, conseqüentemente, por biocompósitos tem vindo a crescer. Segundo Zarna *et al.* [17] a adição de fibras permite melhorar a resistência à fadiga pois estas impedem a propagação da fenda. Aponta para a importância da interação entre matriz e reforço e para a capacidade de absorção de água de reforços naturais na resistência à fadiga, e destaca a falta de estudos sobre fadiga deste tipo de compósitos. Travieso-Rodríguez *et al.* [33] estudaram o efeito da adição de partículas de madeira à matriz PLA para fadiga em flexão rotativa, para o qual se verificou uma redução da resistência à fadiga quando comparado com PLA sem reforço. A hipótese era que a adição de madeira aumentaria o atrito entre os filamentos depositados,

umentando assim a resistência mecânica, mas o que se verificou foi um aumento das cavidades e porosidade, servindo como pontos de concentração de tensão. Verificou-se também que o parâmetro que mais influencia os resultados é a altura da camada, sendo a velocidade de impressão o fator com menor peso. O maior diâmetro do bico da extrusora leva a melhores resultados, pois aumenta o material depositado e a área de contacto entre filamentos. Shahar *et al.* [34] estudaram também a adição de reforços naturais, neste caso partículas de kenaf, em diferentes quantidades (3, 5 e 7% em peso), obtendo semelhantes resultados. Houve uma diminuição da resistência mecânica com o aumento da quantidade de reforço, principalmente devido ao aumento da porosidade, embora em termos de tensão relativa haja um aumento da resistência à fadiga. Zanjanijam *et al.* [35] compararam o comportamento à fadiga de PLA e PLA reforçado com madeira, bambu e cortiça. Novamente verificou-se uma redução da resistência à tração para metade para todos os reforços. Em termos de tensão relativa, as vidas alcançadas foram semelhantes, embora no caso dos compósitos a deformação final seja inferior. Existe uma boa interação entre o reforço e a matriz, embora exista grande porosidade.

Essassi *et al.* [36] estudaram o comportamento à fadiga de estruturas sanduiche com núcleo auxético inteiramente produzidas por FFF, feitas a partir de PLA reforçado com fibras de linho. O estudo foi feito comparando diferentes densidades do núcleo (8,3%, 16,7%, 25,1% e 33,5%), observando-se que para o mesmo nível de carga relativa (em função da carga máxima aplicável), quanto menor a densidade, maior o número de ciclos até à rotura, notando uma melhoria da resistência à fadiga. A taxa de crescimento inicial do parâmetro de dano utilizado, relacionado com a perda de rigidez, é também menor para densidades de núcleo mais baixas. No entanto, verifica-se uma descida da carga máxima aplicável para menores densidades, sendo necessário um compromisso entre as cargas aplicáveis e a duração da vida.

Ahmadifar *et al.* [37] avaliaram e compararam o comportamento à fadiga em flexão do material comercial Onyx, que consiste num compósito de PA6 reforçado com fibras de carbono curtas com 6,5% em peso, e de Onyx e fibras de vidro contínuas. Para ensaios em controlo de deformação, de 4,5%, verificou-se uma melhor resistência à fadiga para o material Onyx sem fibras de vidro, alcançando este um valor de $200 \cdot 10^3$ ciclos até a rotura, contrapondo com os $2 \cdot 10^3$ ciclos atingidos pelo Onyx-FV. Verifica-se também que uma curva linear se ajusta aos dados experimentais de Onyx-FV, sendo, no entanto, bilinear para

o caso de Onyx. O material é propenso a aquecer, atingindo maiores temperaturas para o caso de Onyx sem fibras de vidro, chegando a temperaturas de 60°C para uma frequência de 10 Hz, superior à temperatura de transição vítrea, pelo que para além da acumulação de dano de fadiga, deve-se ter em conta o comportamento viscoelástico, especialmente quando são atingidas elevadas temperaturas. O primeiro modo de dano detetado corresponde à separação dos filamentos, que levou à propagação de fendas transversais. Rigotti *et al.* [38] estudaram o efeito da adição de microcápsulas de parafina, 30% e 40% em peso, numa matriz de TPU para fadiga de curta duração. Verificou-se que a adição de parafina resulta numa menor resistência à fadiga, tanto para ensaios em tensão como em compressão, atingindo-se mais de 1000 ciclos para TPU, 380 ciclos para o compósito com 40% de parafina e 100 ciclos para 30% de parafina, para uma carga de 50% da resistência à tração. Verificou-se uma redução da rigidez ao longo do ensaio, tanto maior quanto maior a carga, pelo que se conclui que houve um dano progressivo no material. Através da análise dos ciclos de histerese, e da energia absorvida, é possível observar que há um elevado decréscimo nos primeiros ciclos, demonstrando que grande parte do dano ocorre nesse período. Através de um varrimento diferencial de calorimetria é possível observar que o armazenamento de energia térmica se mantém, revelando que a integridade das cápsulas se manteve, havendo propagação do dano principalmente na matriz de TPU.

Yu *et al.* [39] estudaram o efeito da utilização de uma placa de aquecimento adicional aquando da impressão nas propriedades mecânicas de ABS reforçado com fibras de carbono curtas. Verificou-se que temperaturas da placa acima da temperatura de transição vítrea e abaixo da temperatura de degradação da matriz, permitem um aquecimento mais homogêneo do componente a produzir, havendo uma melhoria significativa da resistência à fadiga dos componentes, equivalente à atingida com processos de tratamento térmico após fabrico. A utilização dessa placa permite diminuir a porosidade e a anisotropia, não devendo ser ultrapassada a temperatura de degradação da matriz, com consequência da diminuição das propriedades mecânicas.

A possibilidade de criação de peças com cavidades internas tem suscitado algum interesse, nomeadamente na criação de *scaffolds* para aplicações médicas, representados na Figura 2.5 a), havendo alguns estudos do seu comportamento à fadiga em compressão. Jiang *et al.* [40] compararam o comportamento à fadiga de *scaffolds* de PLA com *scaffolds* de PLA reforçados com partículas de aço inoxidável 316L e partículas de ferro puro. Os ciclos de

histerese foram utilizados para determinar a acumulação de deformação provocada pela iniciação e propagação de fendas, assim como o colapso de poros. Os autores verificaram um aumento gradual da deformação com o número de ciclos devido ao comportamento viscoelástico do PLA. Em termos de resistência à fadiga, os compósitos de PLA mostraram maiores vidas para o mesmo nível de tensão que os *scaffolds* de PLA apenas, derivado da boa adesão entre a matriz e as partículas e boa dispersão de partículas na matriz. Senatov *et al.* [41] investigaram o comportamento à fadiga de curta duração para *scaffolds* de PLA reforçados com hidroxiapatita (HA). Observou-se a formação de defeitos, como micro delaminação na interface entre camadas e micro fendas nas camadas, e acumulação de deformação plástica localizada o que levou a um deslocamento dos ciclos de histerese. Um aumento da carga promove o colapso de micróporos nas camadas, resultando num aumento inicial da rigidez, que diminuirá com a formação de micro fendas nas camadas em flexão, sendo que a sua propagação leva à destruição da estrutura. Com a adição de partículas de HA, observou-se uma melhor adesão entre camadas, um endurecimento cíclico do material, uma diminuição do crescimento da fenda e uma diminuição da área dos ciclos de histerese. Petrovskaya *et al.* [42] estudaram também a fadiga em compressão de PLA com reforço de hidroxiapatita em quantidades variáveis, embora agora em cubos, e não *scaffolds*, e com adição também de plastificante de modo a melhorar a dispersão das partículas e evitando os aglomerados. Verificou-se que os parâmetros ótimos de impressão alteravam com a quantidade de HA, mostrando a importância da sua otimização. À semelhança do estudo de Senatov *et al.*, a adição de HA melhorou a resistência à fadiga comparativamente com PLA puro, chegando a uma resistência à fadiga máxima para 30% de HA (quantidade máxima utilizada no estudo).

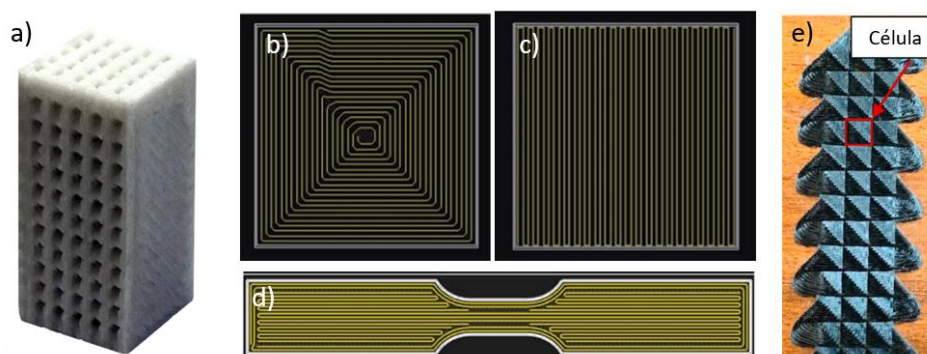


Figura 2.5. a) Exemplo de um *scaffold* [41], b) Enchimento “concentric” de fibras longas [25], c) Enchimento “isotropic” de fibras longas [25], d) Enchimento “isotropic” de fibras longas com 2 anéis [27], e) Fibras contínuas entrelaçadas [31].

Denota-se assim a importância dos estudos experimentais de fadiga destes componentes, devido à sua quantidade insuficiente e à complexidade associada a este fenómeno, não só graças aos próprios materiais compósitos, mas também às dificuldades acrescidas do processo de fabrico.

3. MATERIAL E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1. Material

O material utilizado para fabrico dos provetes é um material comercial denominado de G6-Impact™, produzido pela Graphene 3D Labs. Este é um compósito de matriz polimérica HIPS (poliestireno de alta resistência ao impacto) reforçado com grafeno e fibras de carbono curtas, vindo em forma de bobine com filamento de 1,75 mm de diâmetro com intuito de ser utilizado através da técnica de fabrico aditivo FFF.

HIPS é resultante da adição de borracha ao polímero poliestireno, que, como o nome indica, torna-o bastante mais resistente ao impacto. A resistência à tração de HIPS é reportada como sendo 22 MPa [43].

Não é explícito, por parte do produtor, qual a quantidade relativa de fibra de carbono ou grafeno na matriz, afirmando apenas que a percentagem de grafeno e fibra de carbono juntos é 20%. Algumas propriedades mecânicas disponibilizadas pelo fabricante encontram-se na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Propriedades do material G6-Impact.

Propriedades	Valores
Dureza Shore [D]	65
Resistência à tração [MPa]	34
Resistência ao impacto Izod [J/m]	85,9

3.2. Provetes

O estudo deste compósito debruçou-se sobre dois tipos de provetes fabricados de forma distinta. A diferença entre eles passa pela geometria interna dos mesmos, sendo que os restantes parâmetros de fabrico permanecem fixos. Deve-se realçar o facto de o estudo de otimização já ter sido feito previamente no grupo de trabalho, pelo que serão apenas indicados aqui os parâmetros de impressão resultantes e, conseqüentemente, utilizados neste trabalho. Esses parâmetros são a altura da camada, diâmetro do bico da extrusora,

temperatura da extrusora, velocidade de impressão e percentagem de enchimento, estando os valores dos parâmetros representados na Tabela 3.2. Os provetes foram impressos na horizontal com uma impressora BeeVeryCreative B2X300.

Tabela 3.2. Parâmetros de fabrico utilizados.

Parâmetros	Valores
Altura da camada (mm)	0,25
Diâmetro do bico da extrusora (mm)	0,4
Temperatura da extrusora (°C)	235
Velocidade (mm/s)	10
Percentagem de enchimento (%)	100

O fator que se alterou, com grande peso nas propriedades mecânicas dos componentes fabricados, foi a geometria interna dos provetes, ou seja, a forma como o filamento é depositado no interior do componente. Para o primeiro caso, o *lay-up* das camadas é do tipo *Quasi-Isotropic*, QI. O segundo caso tem um *lay-up* do tipo concêntrico, mas todas as camadas orientadas com a direção da carga (0°).

O *lay-up Quasi-Isotropic* consiste em camadas com diferentes orientações, [0,-45,+45,90]_s, o que significa que as camadas são depositadas, por ordem, com orientação de 0°, depois -45°, 45°, 90°, e espelha, ou seja, novamente 90°, depois 45°, -45° e 0°. Assim, como a resistência é máxima quando a carga tem a mesma direção que as deposições do filamento, consegue-se que existam filamentos depositados em várias direções, havendo um efeito de diminuição da anisotropia dos componentes segundo a plano de impressão. O *lay-up* concêntrico faz com que a deposição do filamento no interior do componente tenha orientação sempre paralela ao contorno. Deste modo, consegue-se que na zona central do provete todas os filamentos depositados tenham a mesma direção da carga, e também que as discontinuidades inerentes ao processo de fabrico fiquem no centro do provete, e não junto ao exterior, como é possível ver pela Figura 3.1.



Figura 3.1. Esquema dos tipos de geometria interna, sendo 0° 45° e 90° correspondentes às várias direções dos filamentos no *lay-up Quasi-Isotropic* e, à direita, o *lay-up* concêntrico.

3.3. Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados de modo a obter as propriedades estáticas do material, como o módulo de elasticidade, a resistência à tração e a deformação na ruptura. A máquina utilizada foi uma Shimadzu ags-x com capacidade de 100 kN.

Foram realizados ensaios a pelo menos três provetes para cada tipo de enchimento. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de deformação de 2 mm/s.

A resistência à tração obtida através deste tipo de ensaios é posteriormente utilizada para definir as várias gamas de tensão a utilizar nos ensaios de fadiga.

3.4. Ensaio de fadiga

Nos ensaios de fadiga pretende-se estudar o comportamento dos componentes quando sujeitos a cargas dinâmicas, isto é, dependentes do tempo, sendo elas cíclicas para este caso. Os ensaios de fadiga consistiram nas seguintes configurações:

- Controlo de carga para diferentes gamas de carga, de curta e longa duração
- Controlo de carga para diferentes frequências;
- Controlo de deslocamento para diferentes gamas de deslocamento;

Para cada condição foram utilizados pelo menos 3 provetes. O equipamento utilizado foi uma máquina eletromecânica Instron ElectroPuls TM E10000, com uma capacidade de carga de 10 kN e a fixação dos provetes fez-se com amarras pneumáticas.

Os ensaios foram realizados em modo de tração e com uma razão de tensões, R , de 0,05. Para todos os casos, a onda, de carga ou deslocamento, é sinusoidal. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente.

Os vários níveis de tensão a que os ensaios se realizaram foram obtidos a partir de uma tensão máxima relativa à resistência à tração. Assim, a carga máxima será o produto desse valor pela área do provete, e com o valor da razão de tensões obtém-se o valor para a carga mínima. É possível então obter os valores da carga média e da amplitude de carga a inserir no software de controlo da máquina.

Os ensaios foram realizados, numa primeira fase, em controlo de carga para diferentes níveis de tensão de modo a obter uma curva S-N. Posteriormente, com a curva S-N definida em controlo de carga, realizaram-se também ensaios em controlo de deslocamento, utilizando como base a carga média e as amplitudes de deslocamento a meia vida obtidos nos ensaios em controlo de carga. Realizaram-se também ensaios de curta duração em controlo de carga, e os valores de deformação foram obtidos com o auxílio de um extensómetro MTS, modelo 632.12C-20, com 25 mm de abertura, fixo aos provetes através de elásticos., como se vê pela figura Figura 3.2.

Nos ensaios de longa duração utilizou-se uma frequência de 5 Hz para ambos os tipos de provetes. Para fadiga de curta duração, no caso dos provetes concêntricos, os ensaios foram feitos a 1 Hz e 5 Hz, e a 1 Hz para os provetes QI.

Para o estudo do efeito da frequência das cargas cíclicas, apenas para o enchimento concêntrico, fizeram-se ensaios em controlo de carga para uma mesma tensão máxima, 51% da resistência à tração, a 1 Hz, 2,5 Hz, 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz e 30 Hz. Não foram testadas frequências maiores por incapacidade do equipamento. Simultaneamente, estudou-se a evolução da temperatura ao longo do ensaio, para as várias frequências. Para cada frequência testaram-se 3 provetes, sendo que o estudo da influência da temperatura se fez apenas a dois provetes para cada uma das frequências 2,5 Hz, 10 Hz, 20 Hz e 30 Hz. A monitorização da temperatura foi feita com um termovisor Testo 875-2i, e a sua análise através do software de análise termográfica IRSoft, do fabricante dos termovisores. Utilizou-se uma emissividade de 0,90 para o material. As temperaturas foram retiradas através do valor máximo devolvido pelo software.

Nos ensaios de longa duração foram utilizados quatro níveis de tensão, cuja tensão máxima foi de 60%, 40%, 28% e 20% para os provetes QI e 70%, 51%, 37% e 25% para os

provetes concêntricos, relativamente à resistência à tração. Esta diferença deve-se à diferente resistência à tração associada a cada enchimento, e foi escolhida de modo a garantir um espaçamento adequado entre vidas de fadiga e haver uma comparação direta para uma mesma gama de tensão.

Nos ensaios de fadiga de curta duração foram utilizados três níveis de tensão, cuja tensão máxima foi de 90%, 80% e 75% da resistência à tração, para ambas as geometrias internas.



Figura 3.2. Setup dos ensaios de fadiga de curta duração, com máquina Instron ElectroPuls TM E10000 e extensómetro MTS 632.12C-20.

3.5. Imagens por microscópio eletrónico de varrimento

De modo a visualizar a superfície de rotura e avaliar os modos de dano foi utilizado um microscópio eletrónico de varrimento (MEV) Hitachi SU3800, apresentada na Figura 3.3.

Para melhorar a visibilidade foi depositada uma camada fina de ouro com cerca de 4 a 5 nm.



Figura 3.3. Microscópio eletrónico de varrimento Hitachi SU3800.

3.6. Algoritmos

Foram também elaborados dois programas em Python para analisar os dados e para aplicar o modelo energético, descritos de forma mais pormenorizada nos apêndices A e B.

O primeiro teve como objetivo o tratamento de dados, já que a aquisição de dados durante os ensaios obteve mais de 250 pontos ao longo do ciclo, sendo necessário determinar os valores máximo e mínimo, em cada ciclo, da carga, deslocamento e deformação.

O segundo serviu para aplicar o modelo energético, ou seja, calcular as áreas indicadas através de integração numérica, devido aos dados serem um conjunto de pontos discretos e devido ao elevado número de ciclos. Serviu também para obter a evolução da rigidez dinâmica ao longo do ensaio, através do ajuste de uma função linear à parte inicial do ciclo de histerese na descarga.

4. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

4.1. Ensaios de tração

Na Figura 4.1 apresentam-se os resultados dos ensaios de tração para ambos os tipos de provetes num gráfico tensão-deformação. Como é possível observar, a resistência mecânica do *lay-up* concêntrico é superior à do *lay-up quasi-isotropic*, QI. Observa-se um aumento de 61,5% na resistência à tração quando passamos do *lay-up* QI para o concêntrico, sendo os respectivos valores das resistências à tração obtidos de 8,86 MPa e 14,31 MPa. Também se observa um aumento da rigidez do componente, passando o módulo de elasticidade de 8,85 GPa para 16,61 GPa, o que corresponde a um aumento de 85,6%. No entanto, o alongamento na tensão máxima permanece, aproximadamente, o mesmo. Os valores destas propriedades assim como os respectivos desvios padrões encontram-se indicados na Tabela 4.1.

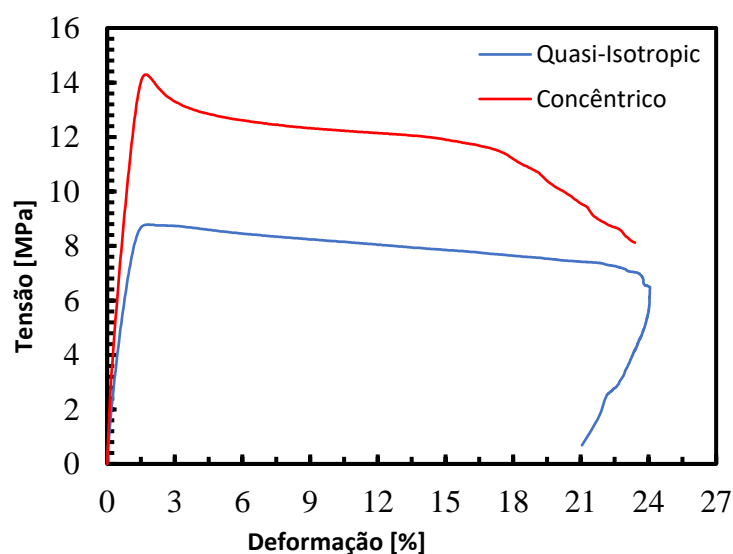


Figura 4.1. Gráfico tensão-deformação resultante dos ensaios de tração.

A diferença entre os valores da resistência à tração obtidos e os reportados pelo fabricante pode dever-se aos vazios entre filamentos próprios do processo de fabrico, que levam a uma área transversal que é, na verdade, inferior à medida, o que significa que a área efetiva de suporte de carga é menor.

Tabela 4.1. Propriedades resultantes dos ensaios de tração.

Propriedade	Unidades	<i>Lay-up</i> Quasi-Isotropic	<i>Lay-up</i> concêntrico
Resistência à tração	[MPa]	8,86 ± 0,21	14,31 ± 0,04
Módulo de elasticidade	[GPa]	8,95 ± 0,34	16,61 ± 0,55
Alongamento na tensão máxima	[%]	1,76 ± 0,12	1,70 ± 0,01

A diferença observada entre os dois tipos de provetes é explicada pela anisotropia associado ao próprio processo de fabrico. A área dos filamentos que são paralelos à secção transversal é ainda inferior, sendo o problema acentuado quando há fraca adesão entre os filamentos depositados. Assim, no *lay-up quasi-isotropic*, as camadas centrais do provete, onde a direção do filamento depositado é perpendicular à carga, não suportarão tanta carga como as restantes camadas. Para além disso, sendo o material um compósito de fibras curtas, há um alinhamento das fibras com a deposição, o que leva a que quando o filamento tem direção perpendicular à carga as fibras não suportam qualquer carga, sendo, neste caso, o fator responsável pela resistência mecânica apenas a matriz polimérica. Para os filamentos com uma orientação de 45°, as fibras dão alguma resistência, mas surgem esforços de corte na ligação entre os filamentos, causando descolagem dos mesmos e diminuindo a integridade estrutural.

Assim, é importante para este tipo de componentes estabelecer um equilíbrio entre a maximização das propriedades mecânicas, através da orientação dos filamentos com a direção da carga, ou uma menor anisotropia, tendo filamentos com direções distintas.

Da análise da evolução da tensão com a deformação é possível observar que o comportamento do material, mesmo na parte inicial, não é perfeitamente linear, havendo um decréscimo progressivo do declive da tangente à curva, inclusive para deformações baixas. Assim, o módulo de elasticidade foi determinado através da tangente à curva na parte inicial. Este comportamento é expectável, devido ao comportamento viscoelástico da matriz polimérica.

Na Figura 4.2 mostra-se o modo de rotura dos provetes concêntrico e QI. Para ambos os casos a rotura é dúctil, ocorrendo estrição do material, sendo este comportamento mais evidente para o provete concêntrico. Para o *lay-up* QI, a rotura dá-se no fim da zona com curvatura, e começa na lateral, percorrendo a largura do provete, enquanto para o *lay-up* concêntrico a rotura dá-se a meio do provete, relativamente ao seu comprimento, e a fenda inicia no centro. A mudança da zona de iniciação da rotura que ocorreu entre os dois tipos de *lay-up*, da zona com curvatura para o centro do comprimento do provete, significa que a resistência obtida é mais próxima da real do material, uma vez que nesta zona deixa de haver o efeito de concentração de tensão devido à curvatura. No caso do *lay-up* concêntrico a iniciação no centro, em termos de largura, deve-se ao facto da deposição de filamentos dar-se do exterior para o interior, havendo alguma dificuldade em preencher o centro do provete, provocando descontinuidades que servem como concentração de tensões e alguma descontinuidade provocada pela fraca ligação entre as duas metades. No estudo de Behalek *et al.* [5], também se obtiveram melhores propriedades mecânicas para o *lay-up* concêntrico, comparando com provetes onde a direção dos filamentos é de 0° em relação à carga, embora se observassem alguns defeitos nos provetes concêntricos e vazios entre camadas.



Figura 4.2. Modo de rotura em carregamento estático: a) provete *quasi-isotropic*; b) provete concêntrico

Os resultados para o *lay-up* concêntrico vão mais ao encontro dos resultados obtidos para um compósito semelhante, onde a matriz é HIPS e o reforço é óxido de grafeno reduzido, onde se verifica uma resistência à tração de 22,45 MPa e um módulo de elasticidade de 16,94 GPa [44]. O mesmo estudo refere também que as propriedades mecânicas melhoram até uma determinada quantidade de reforço, sendo que para uma concentração acima de 0,5% em peso de rOG, óxido de grafeno reduzido, as propriedades mecânicas deterioram devido à formação de aglomerados. Oumer & Bachtiar, [45] reportam

uma resistência à tração entre 19,3 MPa e 29,9 MPa, e um módulo de elasticidade entre 1,27 GPa e 1,71 GPa, para um compósito de HIPS reforçado com fibras de palmeira fabricados por compressão a quente.

4.2. Ensaio de fadiga

4.2.1. Efeito da frequência na vida dos provetes

Na Figura 4.3 a), mostra-se a influência da frequência na vida dos componentes e em 4.3 b) a evolução da temperatura ao longo do ensaio, para diferentes frequências, mantendo-se a tensão constante, sendo o valor máximo da tensão aplicada 51% da resistência à tração.

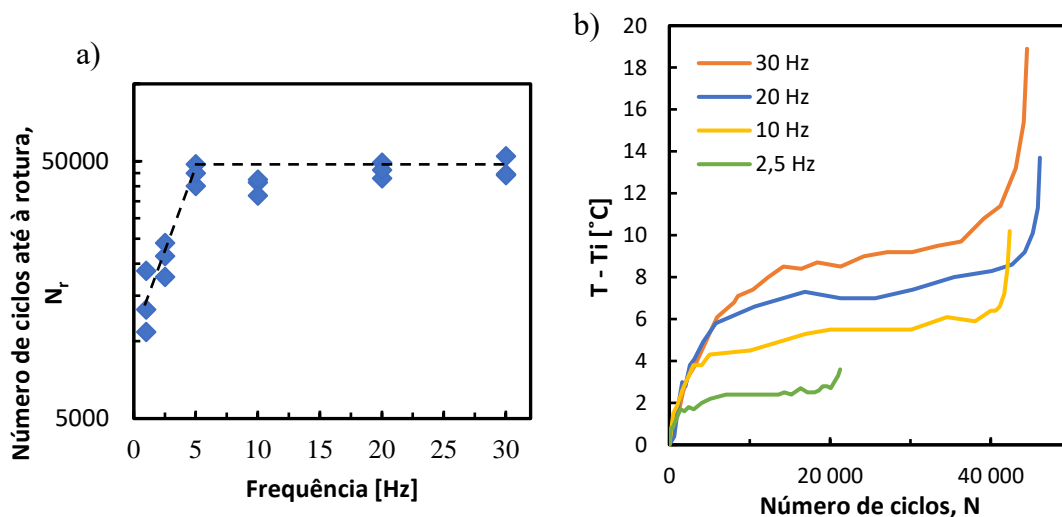


Figura 4.3. a) Influência da frequência no número de ciclos até à rotura e b) Evolução da temperatura ao longo do ensaio para diferentes frequências.

O que se demonstra é que o material é sensível à frequência das cargas cíclicas. Para frequências baixas, inferiores a 5 Hz, há uma redução da vida dos componentes com a redução da frequência, sendo o número de ciclos até à rotura para 2,5 Hz cerca de metade daquele verificado para frequências de 5 Hz, valor esse ainda mais baixo para frequências de 1 Hz. A partir dos 5 Hz a vida permanece constante, não se observando qualquer alteração até 30 Hz, apesar de haver um aumento de cerca de 10°C na temperatura do provete no patamar intermédio, e atingindo temperaturas na ordem dos 40°C no momento da rotura. O que se verifica é que não foi atingida a temperatura de transição vítrea, variando esta entre 101,1°C e 103,3°C, para o caso de HIPS sem reforço e HIPS com grafeno a 10% de peso, respetivamente, como reportado por Sieradzka *et al.* [44], e por isso não se verificou uma

descida da vida do provete provocada pelas temperatura elevadas, como geralmente acontece para frequências elevadas.

Na Figura 4.3 b) verifica-se que a temperatura atingida aumenta com o aumento da frequência. Independentemente da frequência, a evolução da temperatura ao longo do ensaio pode ser dividida em três fases. Na fase inicial há um aumento rápido da temperatura. Numa fase posterior, esse aumento abranda até ser estabelecido um patamar onde a temperatura aumenta linearmente, a um ritmo baixo. Na fase final ocorre novamente um aumento da temperatura, sendo a taxa de crescimento maior quanto mais próximo o ciclo se encontra do momento de rotura.

Com a exceção da fase final, a temperatura ao longo do ensaio mantém-se praticamente uniforme em todo o provete, destacando-se apenas uma diminuição da temperatura, comparativamente com o restante volume, junto das amarras, devido à condução de calor. Na fase final, o aumento de temperatura é localizado na zona de acumulação de dano, e, portanto, onde ocorre a rotura, como mostra a Figura 4.4.

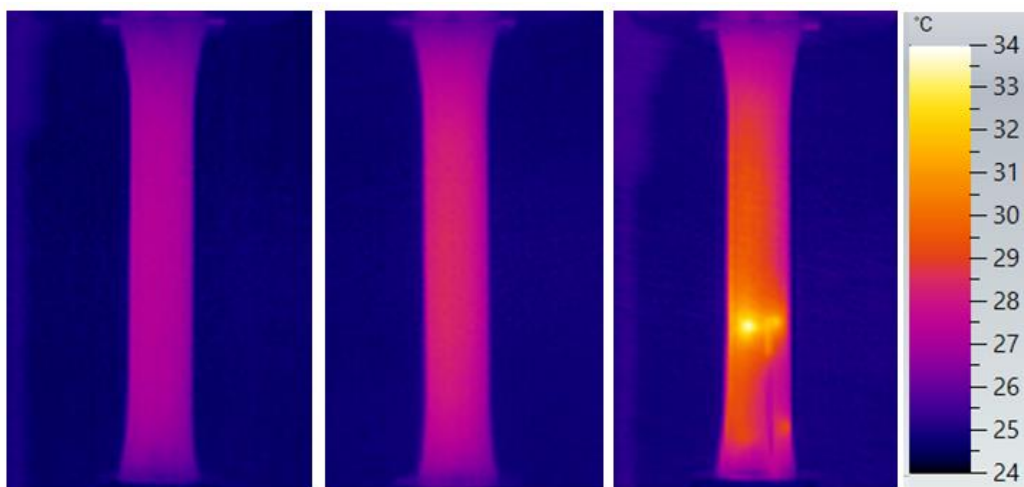


Figura 4.4. Imagens térmicas da temperatura no provete, no início, meio e final do ensaio.

Considerando como base para comparação a fase intermédia onde a temperatura se mantém praticamente constante, para 30 Hz é possível verificar um aumento de cerca de 40% da temperatura relativamente à temperatura inicial, o que se traduz num aumento de cerca de 10 °C. Em contraste, para 2,5 Hz, observa-se apenas um aumento de 2 °C, que corresponde a um aumento de 10%.

As menores vidas verificadas para frequências abaixo dos 5 Hz devem-se ao efeito da fluência no dano induzido. Para frequências mais baixas o provete tem mais tempo para fluir, e, portanto, será causado dano adicional para além do dano provocado pela fadiga.

Segundo Sauer *et al.* [46] há um aumento de temperatura de 2°C para o material HIPS sem reforço a 20 Hz e com gama tensão de 10 MPa. No material G6-impact verifica-se um aumento de cerca de 7°C para uma frequência de 20 Hz e uma gama de tensão de 6,9 MPa, pelo que se demonstra o maior aquecimento devido à adição de reforços na matriz.

4.2.2. Efeito da tensão na vida dos provetes

Na Figura 4.5 estão representadas as curvas S-N para ambos os tipos de *lay-up* estudados, num gráfico gama de tensão-número de ciclos até à rotura em escala bi-logarítmica, em ensaios a 5 Hz, em controlo de carga e em controlo de deslocamento (apenas para o *lay-up* concêntrico). É possível observar a curva S-N completa, resultante dos ensaios de curta e longa duração, para o *lay-up* concêntrico.

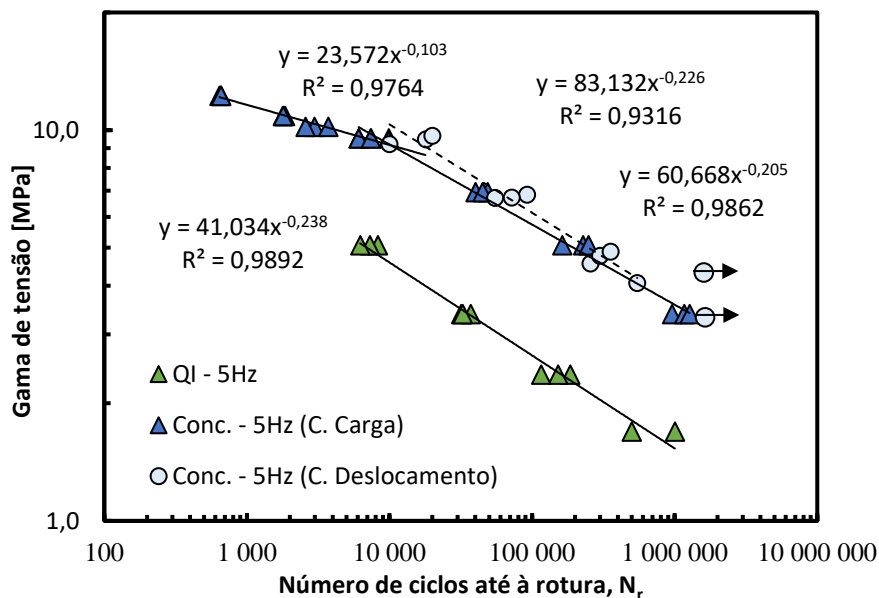


Figura 4.5. Curva S-N para ensaios de fadiga a 5 Hz para os provetes *quasi-isotropic* e concêntricos.

Observa-se um comportamento bilinear, havendo uma menor sensibilidade à carga na zona correspondente a cargas acima de 70% da resistência à tração, até $10 \cdot 10^3$ ciclos, sendo que a partir dos $10 \cdot 10^3$ ciclos o material mostra-se mais sensível à carga. Esta bilinearidade

é também encontrada no estudo de Ahmadifar *et al.* [37] para PA6 reforçado com fibras de carbono curtas, sendo a curva inicial até vidas de 3000 ciclos.

O diferente declive observado nas curvas S-N para o *lay-up* concêntrico deve-se ao material em questão ser um compósito de matriz polimérica, que é, portanto, sensível ao fenómeno de fluência, devido à natureza viscoelástica da matriz. O comportamento à fadiga do material em estudo tem na sua génese duas grandes vertentes causadoras de dano, sendo elas a fluência cíclica e a propagação de dano devido ao fenómeno de fadiga. Não se considera responsável por este comportamento o aumento de temperatura, uma vez que como foi visto na secção 4.2.1 aumentos de temperatura até 40°C não provocaram uma diminuição da vida, e para tensões máximas de 90% foram atingidas temperaturas máximas também cerca de 40°C.

Para cargas elevadas o fator governante na vida à fadiga é a fluência cíclica, enquanto para cargas mais baixas será a propagação de dano localizado, como é possível observar na secção 4.3, através das fractografias. O dano para cargas elevadas é generalizado, havendo uma grande densidade de fendas e bandas de deformação, enquanto para cargas baixas o dano é localizado, havendo poucas fissuras de fadiga.

A evolução da deformação cíclica nos ensaios em controlo de carga pode ser observada na Figura 4.6 a) verificando-se um aumento do deslocamento máximo e mínimo. Ocorre um aumento rápido inicial do deslocamento que corresponde à fase de adaptação do material à carga. Posteriormente, há um aumento gradual do deslocamento e perto do fim de vida do provete, a tendência crescente aumenta rapidamente até à rotura do provete. Este comportamento deve-se à fluência e à perda de rigidez devido à propagação de dano.

Uma melhoria de vida é observada para ensaios em controlo de deslocamento. Isto deve-se ao alívio de tensões observado ao longo do ensaio, que resulta num decréscimo tanto da carga máxima como da carga mínima, havendo por isso uma diminuição da carga média e da amplitude de carga. Verifica-se também uma diminuição da razão de tensões, chegando a carga a atingir valores negativos. Ao atingir cargas negativas o componente estará à compressão, não sendo o dano causado tão elevado [22].

A evolução típica da carga ao longo dos ensaios em controlo de deslocamento pode ser observado na Figura 4.6 b). Existe uma diminuição inicial rápida da tensão, que decresce lentamente no período seguinte. No final, diminui rapidamente. Essa diminuição não é tão precoce como a terceira fase do aumento do deslocamento no caso dos ensaios em controlo

de carga, não sendo tão fácil a detecção do momento de rotura. Este comportamento é explicado também pela natureza viscoelástica da matriz, ocorrendo uma relaxação de tensões, assim como pela perda de rigidez. De modo a representar os dados no gráfico da Figura 4.5, foi utilizada a equação (2.3) para calcular a tensão equivalente, uma vez que há uma diminuição da carga, logo, de tensão, ao longo do ensaio.

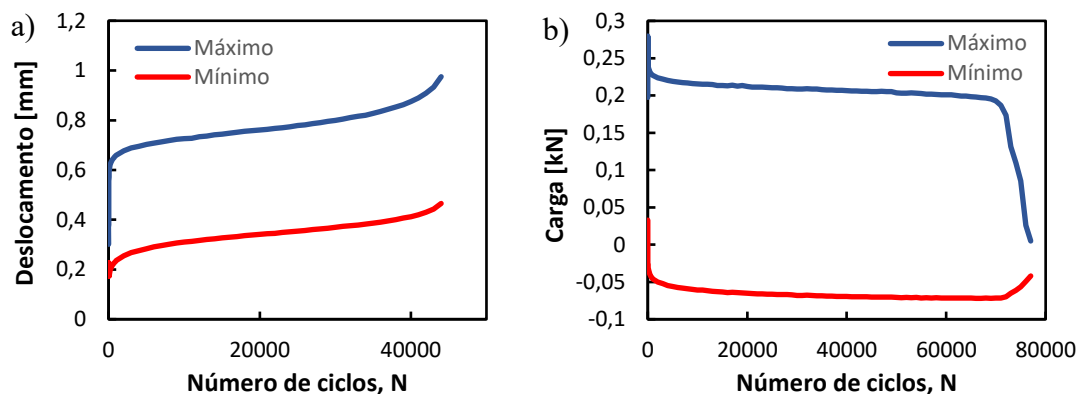


Figura 4.6. a) Evolução do deslocamento máximo e mínimo ao longo do ensaio em controlo de carga e b) Evolução da carga máxima e mínima ao longo do ensaio em controlo de deslocamento.

Através da Figura 4.5 é também observável a menor resistência à fadiga dos provetes com *lay-up* QI. Para a mesma gama de tensão, de 5,1 MPa, observa-se um aumento do número de ciclos até à rotura, de cerca de 8000 para o *lay-up* QI para $200 \cdot 10^3$ para o *lay-up* concêntrico, o que corresponde a um aumento de 2400%. Para um gama de tensão de 3,4 MPa, temos um aumento de vida de $35 \cdot 10^3$ ciclos para 10^6 ciclos.

A resistência à fadiga em termos de tensão relativa à resistência à tração é também superior para o *lay-up* concêntrico. Para vidas em torno de 8000, as tensões máximas correspondem a 70% para o *lay-up* concêntrico e apenas 60% para o *lay-up* QI. A pior resistência à fadiga do *lay-up* QI deve-se à menor área transversal e maior peso dos problemas de adesão entre filamentos, para além do alinhamento das fibras com a direção da carga no caso do concêntrico, o que aumenta a sua resistência.

O mesmo se verifica para 1 milhão de ciclos até à rotura, onde a gama de tensão para os provetes QI é 1,7 MPa, que corresponde a uma tensão máxima de 20% da resistência à tração, enquanto para os concêntricos é 3,4 MPa, que corresponde a uma tensão máxima de 25% da resistência à tração, notando-se uma melhoria da tensão limite de fadiga. Ainda assim, estes valores de tensão limite de fadiga são bastante inferiores aos valores geralmente obtidos em compósitos de fibras de carbono contínuas, mesmo produzidos por fabrico

aditivo, como verificado pelo estudo de Giannakis *et al.* [30], onde vidas desta ordem de grandeza são atingidas para tensões máximas de cerca de 70% da resistência à tração, o que mostra, para além dos baixos valores de resistência à tração, que a resistência do material em estudo depende principalmente da resistência da matriz. Isto deve-se às fibras serem curtas e descontínuas.

4.2.3. Fadiga de curta duração

Na Figura 4.7 é possível ver as curvas médias S-N e as bandas de dispersão para 95% de confiança, obtidas com os resultados de fadiga de curta duração a 1 Hz e 5 Hz para o *lay-up* concêntrico e a 1 Hz para o *lay-up* QI.

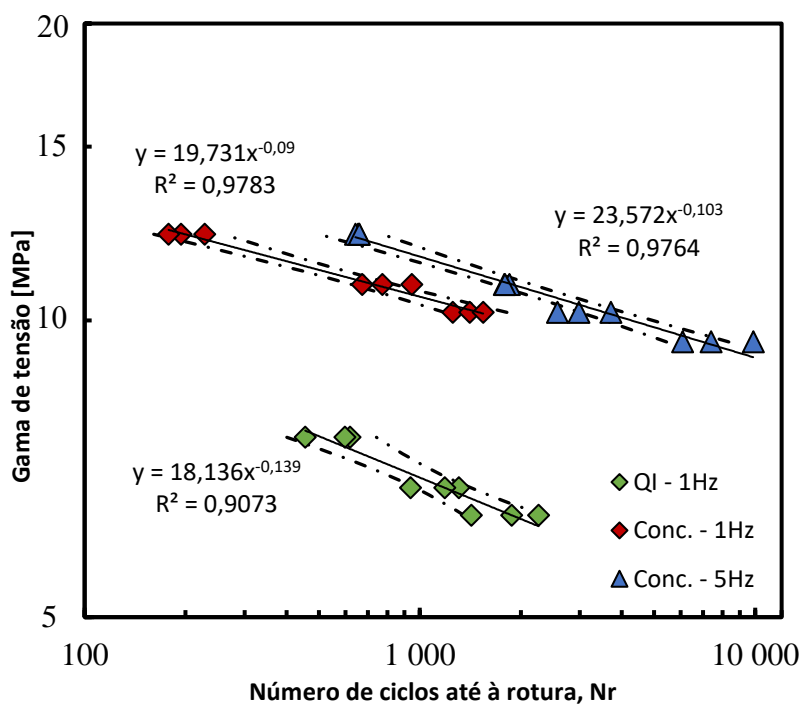


Figura 4.7. Curvas S-N para fadiga de curta duração, para os provetes *quasi-isotropic* e concêntricos.

Uma maior resistência para o *lay-up* concêntrico em relação ao QI continua a verificar-se. Verifica-se novamente que material apresenta uma resposta distinta quando sujeito a cargas cíclicas com diferentes frequências. Observam-se menores vidas alcançadas a 1 Hz que a 5 Hz, para a mesma carga, uma vez que cada ciclo demora mais tempo, tendo o material mais tempo para fluir, e, por isso, é causado dano adicional. Embora muito semelhante, o compósito com *lay-up* concêntrico mostra-se ligeiramente menos sensível à carga quando a

frequência é 1 Hz, comparativamente com 5 Hz. Os provetes QI mostram-se ligeiramente mais sensíveis à carga.

Para uma vida de 1000 ciclos, à mesma frequência de 1 Hz, do *lay-up* QI para o concêntrico verifica-se que há um aumento de 45% da carga necessária para que ocorra rotura, de 7,3 MPa para 10,6 MPa, respetivamente. Para o *lay-up* concêntrico, quando se passa de 1 Hz para 5 Hz, verifica-se um aumento de 9,2% de resistência, de 10,6 MPa para 11,6 MPa.

Para além do aumento progressivo do valor máximo e mínimo de deslocamento para cada ciclo, e conseqüentemente da deformação, ocorre também um aumento da diferença entre eles. A evolução da gama de deformação para os ensaios de fadiga de curta duração pode ser vista na Figura 4.8. Como é possível observar, para o mesmo *lay-up*, a menor frequência (1 Hz) provoca tempos de vida mais curtos e atingem-se valores de gama de deformação muito superiores, devido ao maior peso da fluência. Para a mesma frequência, mas com *lay-ups* diferentes, é possível observar que os valores de gama de deformação associados ao QI são bastante inferiores aos associados ao concêntrico. Isto deve-se às cargas serem mais elevadas para o último, provocando maiores deformações, já que o material é o mesmo e a diferença de resistência dever-se à geometria interna do provete derivada do processo de fabrico.

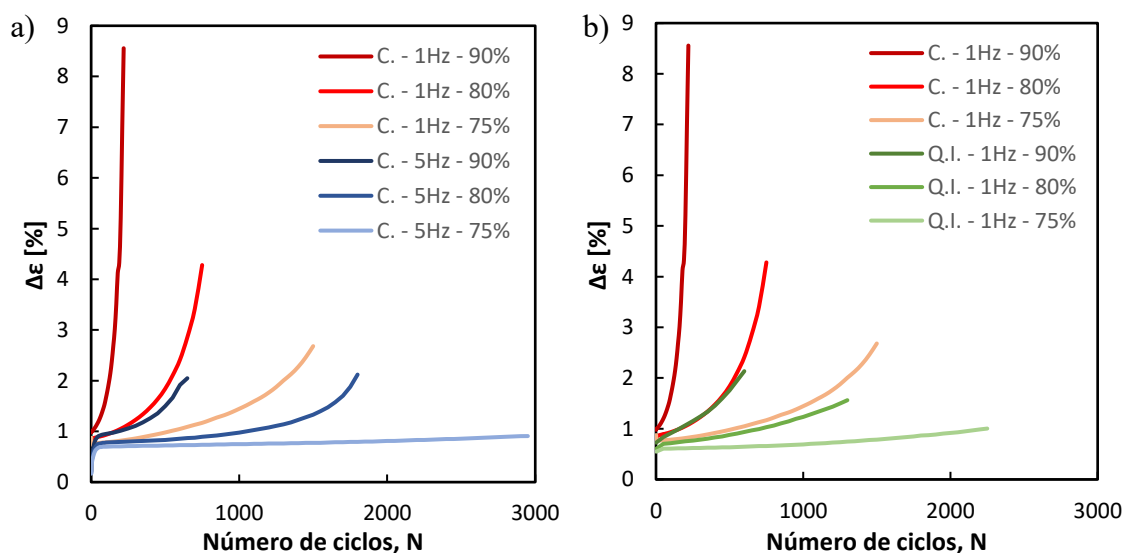


Figura 4.8. Evolução da gama de deformação em fadiga de curta duração em controlo de carga. a) Comparação entre diferentes frequências e b) Comparação entre diferentes *lay-ups*.

Verifica-se também que quanto menor a carga, menores os valores de gama de deformação atingidos. Nos provetes concêntricos o peso da fluência na vida dos componentes começa a diminuir para cargas abaixo dos 75%, como se mostra na Figura 4.8, onde o aumento da gama de deformação é muito baixo comparativamente às cargas superiores, passando a propagação de fendas de fadiga a assumir um papel com maior peso na vida, o que se verifica também pela bilinearidade da curva S-N da Figura 4.5.

A evolução da temperatura, em função da temperatura inicial, para tensões máximas de 90% e 80% ao longo do ensaio pode ser vista na Figura 4.9, estando o eixo das ordenadas em escala logarítmica. Ajustou-se uma função exponencial aos pontos, desprezando os pontos iniciais. Verifica-se que as temperaturas atingidas a 1 Hz são mais baixas que as atingidas a 5 Hz. São alcançadas temperaturas máximas de 30°C e 40°C para 1 Hz e 5 Hz, respetivamente, e a diferença relativamente à temperatura inicial de 8°C e 13°C.

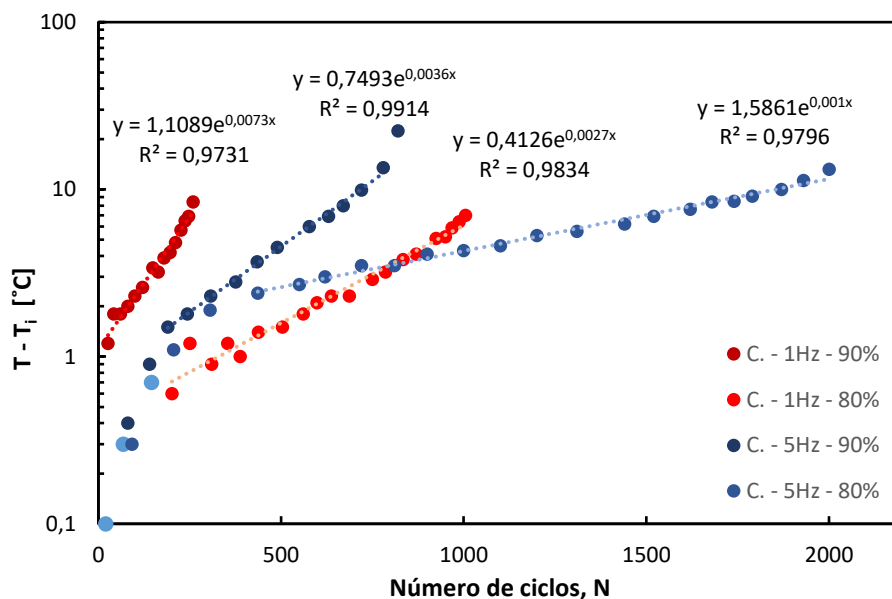


Figura 4.9. Evolução da temperatura ao longo do ensaio de curta duração.

Para as mesmas frequências, quanto maior a carga, maior a taxa de aumento de temperatura por ciclos, já que maiores cargas resultam em menores ciclos até à rotura e num aumento de temperatura maior, e, portanto, o aumento de temperatura por ciclo terá de ser maior. Há um aumento de 170% da taxa de crescimento da temperatura de 80% para 90% da carga máxima a 1 Hz e de 290 % a 5 Hz.

Para as mesmas cargas, a taxa de aumento de temperatura por ciclo é maior quanto menor for a frequência. Embora maiores frequências levem a maiores temperaturas, a

frequência de 1 Hz leva a uma grande redução dos ciclos até à rotura, e, portanto, mais a temperatura aumenta por ciclo. Há um aumento de 170% da taxa de crescimento da temperatura de 5 Hz para 1 Hz a uma carga máxima de 80% e um aumento de 88% a 90% da carga máxima.

4.2.4. Ciclos de histerese e rigidez dinâmica

Nos ensaios de fadiga de curta duração utilizaram-se os ciclos de histerese, que ocorrem devido à dissipação de energia quando o componente é sujeito a cargas cíclicas, de modo a avaliar a propagação do dano.

A evolução típica dos ciclos de histerese, num gráfico tensão-deformação, ao longo do ensaio pode ser observada na Figura 4.10. Sendo a razão de tensão positiva, existe pré-carga, e por isso os ciclos estão deslocados da origem. Observa-se um deslocamento para a direita, um aumento da inclinação do ciclo e um aumento da sua área interior ao longo do ensaio, não se alcançando uma estabilização dos mesmos. Este comportamento deve-se à degradação da rigidez, provocada pela iniciação e propagação das fendas de fadiga. O aumento da gama de deformação, Figura 4.8, é também visível aqui.

Os ciclos de histerese tendem a tomar a formato final apresentado na Figura 4.10, independentemente da frequência ou tipo de *lay-up* do provete, embora com dimensões e inclinações diferentes. Para cargas baixas, as formas dos ciclos de histerese permanecem aproximadamente ovais ao longo do ensaio, não atingindo um formato igual ao ciclo 1800 da figura.

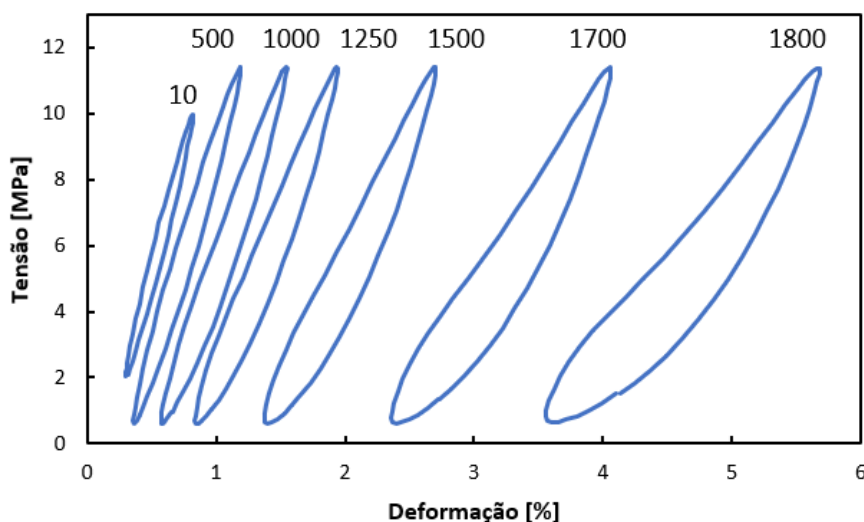


Figura 4.10. Evolução dos ciclos de histerese ao longo do ensaio, com o número do ciclo respetivo no topo do ciclo, para provete concêntrico solicitado a uma tensão máxima de 80% da resistência à tração, a 5 Hz.

No presente estudo a perda de rigidez foi avaliada de duas formas distintas. A primeira, denominada aqui de módulo de elasticidade dinâmico, E_d , corresponde ao declive da reta ajustada ao início da descarga dos ciclos de histerese, como representado na Figura 4.11 a). A segunda, designada de rigidez dinâmica, K_d , representada na Figura 4.11 b) é a geralmente utilizada no estudo de compósitos, e é obtida fazendo uma analogia a uma mola, ou seja, considerando a gama de carga, ΔP , e a gama de deslocamento, $\Delta \delta$, e é dada pela equação

$$K_d = \frac{\Delta P}{\Delta \delta}, \quad (4.1)$$

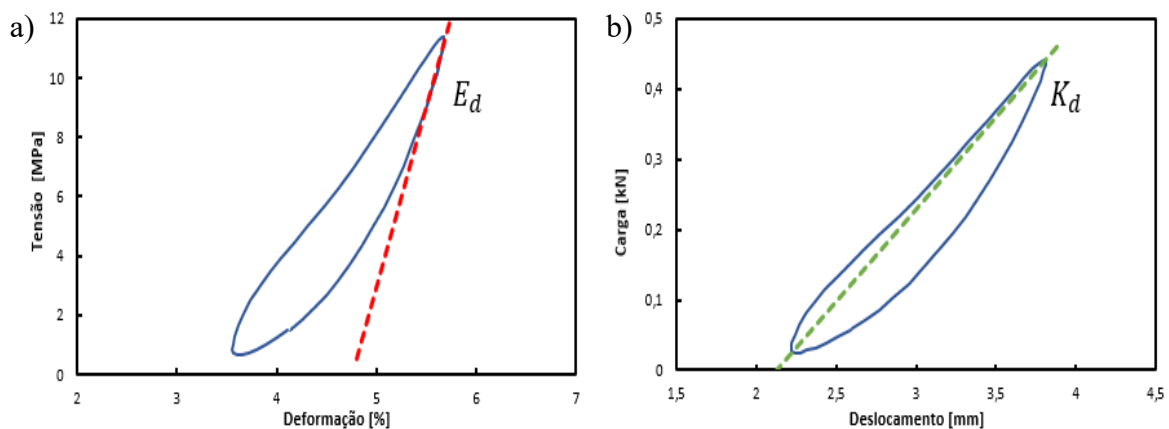


Figura 4.11. Representação do módulo de elasticidade dinâmico, a), e da rigidez dinâmica, b).

Na Figura 4.12 é possível observar a comparação entre a evolução ao longo do ensaio do módulo de elasticidade dinâmico e a rigidez dinâmica. Tanto E_d como K_d estão normalizadas ao seu valor inicial, E_{d0} e K_{d0} , respetivamente, e o que se verifica é que, embora os valores, e mesmo as unidades, sejam diferentes, a evolução da duas é muito semelhante, desprezando a parte inicial, onde há uma grande diminuição para K_d que não se verifica para E_d . Essa evolução semelhante para os dois tipos de rigidez dá-se não só para o exemplo apresentado, mas também para os restantes níveis de carga, independentemente da geometria do provete e da frequência da carga. Isto demonstra uma boa aplicabilidade de ambos os parâmetros para avaliar a propagação de dano ao longo da vida do componente, e consequente diminuição da rigidez, sendo, no entanto, a rigidez dinâmica, K_d , mais prática de utilizar para monitorização do dano em situações reais, já que para medir a sua evolução basta saber as cargas e os deslocamentos, e não tensões e deformações.

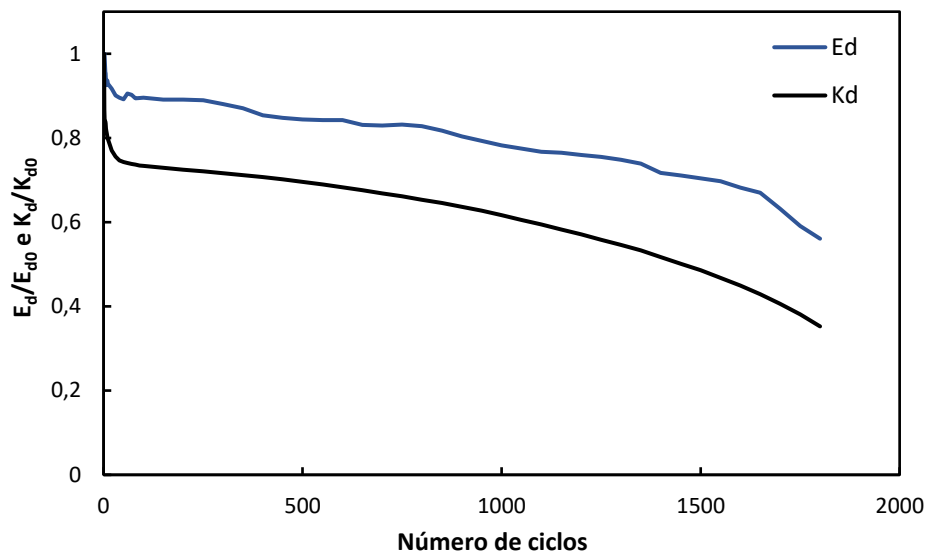


Figura 4.12. Comparação entre a evolução do módulo de elasticidade e rigidez dinâmica, para provete concêntrico solicitado a uma tensão máxima de 80% da resistência à tração, a 5 Hz.

Na Figura 4.13 está representada a perda de rigidez ao longo do ensaio devido à propagação do dano para diferentes cargas. Observa-se uma clara diferença entre o módulo de elasticidade dinâmico dos provetes com *lay-up* concêntrico e QI, indo ao encontro do verificado nos ensaios de tração. Os valores iniciais do módulo de elasticidade dinâmico são ligeiramente superiores aos valores de módulo de elasticidade verificados nos ensaios de tração, o que é de esperar, uma vez que há um comportamento mais rígido para maiores velocidades de deformação, o que se verifica para as solicitações dinâmicas no estudo à fadiga. Verifica-se uma menor rigidez para os ensaios a 1 Hz do que a 5 Hz para o mesmo *lay-up*, novamente porque quanto mais rápido for a solicitação, mais rígida é a resposta do material.

Quanto maior a carga maior é a perda de rigidez, e mais rápida é essa perda, já que o número de ciclos até à rotura é menor.

Observa-se uma queda muito rápida do módulo de elasticidade dinâmico para os ensaios a 1 Hz com *lay-up* concêntrico, chegando a valores no fim de vida de cerca de 40% dos valores iniciais. A 5 Hz a diminuição da rigidez é mais lenta, e os valores atingidos no momento da rotura são mais altos que os valores de 1 Hz, devendo-se isto ao dano adicional provocado pela maior fluência para 1 Hz.

Os provetes QI a 1 Hz apresentam uma perda de rigidez não tão abrupta quando comparados com os provetes concêntricos à mesma frequência. Isto deve-se à menor carga

aplicada e ao facto dos filamentos depositados a 90° e a 45° apresentarem uma densidade de fendas provocadas por fadiga muito menores, como é possível observar pela Figura 4.17. A carga é maioritariamente suportada pelos filamentos a 0°, que terão maior rigidez devido à sua direção ser igual à da carga e, portanto, a perda de rigidez devido à iniciação e propagação de fendas por fadiga dar-se-á maioritariamente nestes. Sendo a sua quantidade menor, a perda de rigidez ao longo do ensaio é também menor.

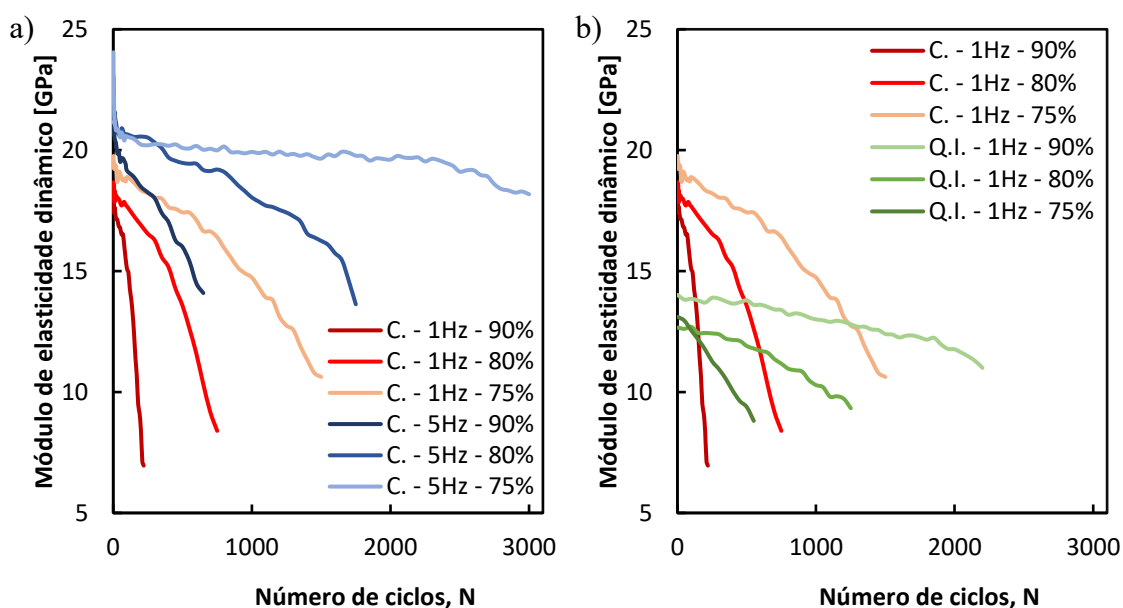


Figura 4.13. Comparação da evolução do módulo de elasticidade dinâmico a) Entre ensaios a diferentes frequências e b) Entre diferente tipo de provetes.

4.2.5. Modelo energético

Na Figura 4.14 apresentam-se as curvas de previsão de vida seguindo o modelo energético de Golos e Ellyin [19], [20] e as bandas de dispersão para 95 % de confiança. À semelhança do que acontece com as curvas S-N, é também possível ajustar uma função de potência ao comportamento dos componentes em termos energéticos, embora haja uma maior dispersão dos pontos. Os valores de densidade de energia apresentados correspondem à densidade de energia média por ensaio, calculada integrando a curva da evolução de energia ao longo do ensaio, representadas na Figura 4.15, e dividindo pelo número de ciclos até à rotura.

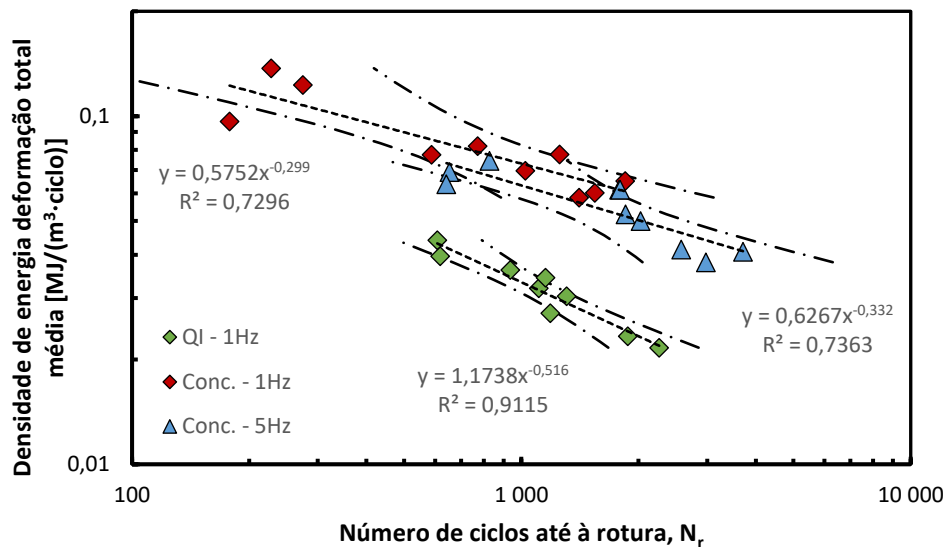


Figura 4.14. Curva densidade de energia de deformação total média-número de ciclos até à rotura.

Para uma vida de 1000 ciclos, à mesma frequência de 1 Hz, do *lay-up* QI para o concêntrico, verifica-se que há um aumento de 119% da energia absorvida para que ocorra rotura, comparativamente com o aumento de 45% no caso da curva S-N. Quando se passa de 1 Hz para 5 Hz, no *lay-up* concêntrico, verifica-se uma diminuição de 13,3% da energia, comparativamente com o aumento de 9,2% no caso da curva S-N. Nota-se, então, que a diferença entre os valores correspondentes ao *lay-up* QI e concêntrico é bastante superior no caso do modelo energético comparativamente com o modelo baseado em tensões (curva S-N), isto é, os valores para QI e concêntrico estão bastante mais afastados no caso do modelo energético.

Para além disso, a curva relativa ao ensaio a 1 Hz encontra-se acima da curva para o ensaio a 5 Hz, tendência contrária ao que se verifica no gráfico S-N, Figura 4.7. Isto demonstra que não se consegue uma boa correlação entre o critério energético e o comportamento deste material.

A vantagem potencial do modelo energético é este permitir estabelecer uma curva única que represente o comportamento à fadiga do material, curva essa independente de fatores como a razão de tensões e a frequência das cargas cíclicas. Assim, as curvas para o mesmo tipo provete deveriam ficar sobrepostas, independentemente das condições do ensaio, o que não se verifica. No entanto, a linha de tendência dos ensaios a 5 Hz encontra-se dentro da zona de confiança dos ensaios a 1 Hz, e o mesmo não se verifica para a curva

S-N, devido à menor dispersão, podendo isso resultar da variabilidade associada ao processo de fabrico.

Considerou-se a densidade de energia de deformação total, resultante da soma da densidade de energia plástica com a densidade de energia elástica positiva, como o critério de estimativa de vida pois para este observou-se uma maior aproximação das curvas associadas a 1 Hz e 5 Hz para os provetes concêntricos, comparativamente com apenas a utilização da densidade de energia plástica.

Na Figura 4.15 é possível observar a evolução da densidade de energia de deformação total, ou seja, a soma da densidade de energia plástica, correspondente à área interior do ciclo de histerese, e da densidade de energia elástica positiva, calculada através da equação (2.7). Os ensaios a 1 Hz, para o mesmo *lay-up*, apresentam um crescimento muito mais rápido da energia ao longo do ensaio, já que atinge valores muito superiores para uma vida menor. Quanto à diferença entre os *lay-ups* distintos à mesma frequência, observa-se uma evolução da energia muito mais acentuada para o *lay-up* concêntrico, pela mesma razão da perda de rigidez mais acentuada para este último.

Observa-se também que a energia associada ao *lay-up* QI é menor, o que se verifica também pelo gráfico que relaciona a energia com o número de ciclos até à rotura.

Quanto maior a carga, maior é o dano, logo a energia associada ao ciclo de histerese será superior. Para cargas elevadas verifica-se um dano progressivamente maior ao longo do ensaio. Para cargas mais baixas, a energia atinge um patamar onde o aumento é muito reduzido, indicando que o dano é praticamente constante ao longo do ensaio.

Resultados semelhantes relativamente à evolução da densidade de energia foram observados por Meneghetti *et al.* [47], para uma matriz de polipropileno reforçada com 30% em peso de fibras de vidro e para uma matriz de propileno reforçada com 42% em peso de carbonato de cálcio, produzidos por injeção. A área dos ciclos também é expressiva em Rigotti *et al.* [38], para componentes produzidos por FFF, embora no seu caso a área seja superior no início, indicando que o dano foi provocado na sua maioria no início.

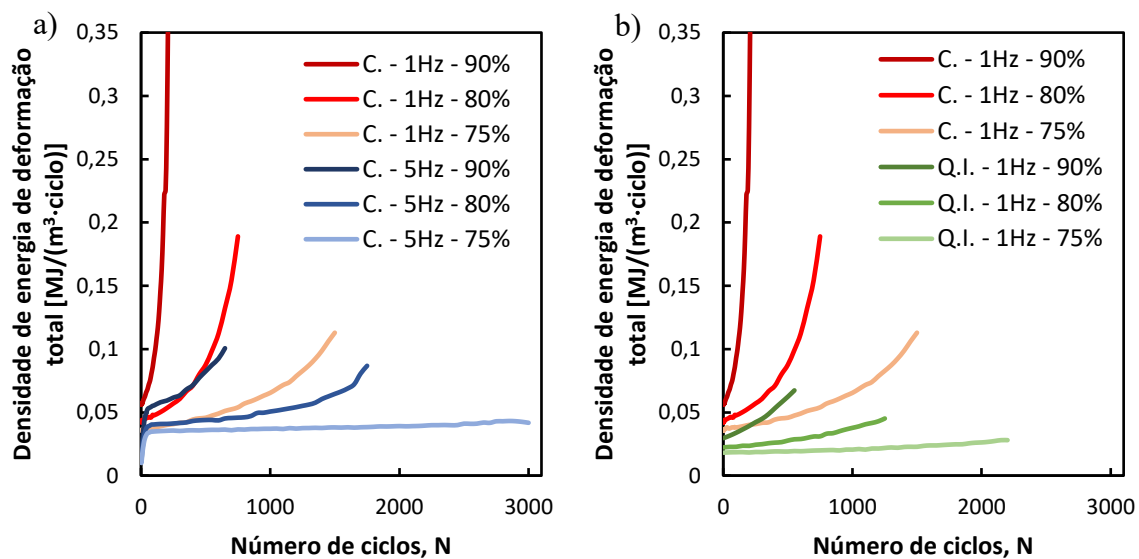


Figura 4.15. Comparação da evolução da densidade de energia ao longo do ensaio a) Entre ensaios a diferentes frequências e b) Entre diferente tipo de provetes.

4.3. Microscopia eletrônica de varrimento

Através da análise fractográfica por SEM é possível verificar que a porosidade intra-filamento, geralmente provocada pela adição de reforço em matriz polimérica, é bastante reduzida para este compósito, ao contrário de que se verifica, por exemplo, em Gao *et al.* [4] para um compósito de PLA reforçado com fibras de carbono curtas. No entanto, verifica-se ainda a presença de vazios entre camadas, não sendo esta igual em toda a área transversal. Junto à cama, onde os filamentos são comprimidos, e devido à maior temperatura, que permite uma menor viscosidade e um aumento da coalescência, praticamente não há vazios entre camadas, aumentando à medida que a distância à cama aumenta, como se pode ver na Figura 4.16.

Não é claro se foram formados agregados de grafeno, ao contrário do que é observado em Sieradzka *et al.* [44] para HIPS reforçado com 1% em peso de oxido de grafeno reduzido, onde estes foram encontrados nas bordas dos filamentos, mas também na superfície de rotura. Não se observa, também, porosidade intra-filamento provocada pelos agregados de grafeno, como encontrado no mesmo estudo para 10% em peso de óxido de grafeno reduzido, pelo que a quantidade de grafeno é baixa.

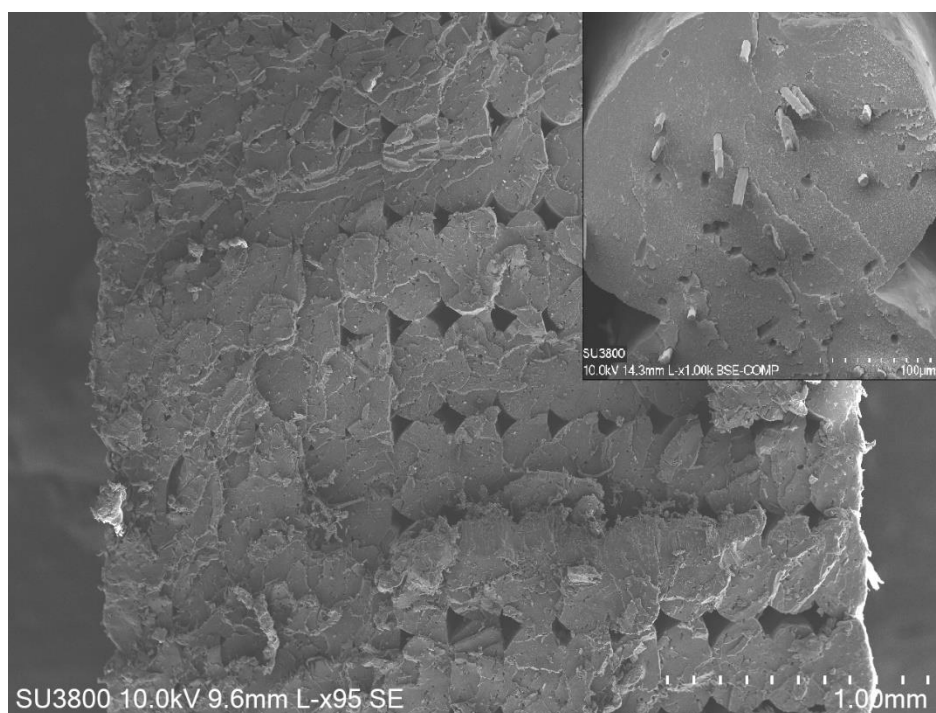


Figura 4.16. Fractografia de um provete concêntrico a uma carga máxima de 25% da resistência à tração e um pormenor mostrando uma boa adesão entre dois filamentos.

O pormenor na Figura 4.16 mostra uma boa adesão entre filamentos vizinhos, onde se vê a propagação de uma fenda através de dois filamentos, o que demonstra uma boa ligação entre ambos. Isto nem sempre se verifica, observando-se também vários degraus na zona de ligação entre filamentos, que funciona como uma barreira à propagação da fenda.

Na Figura 4.17 observa-se um aumento da densidade de fendas com o aumento da carga. Uma grande densidade de fendas não é tão evidente para os provetes concêntricos a 90% da tensão máxima, observando-se, no entanto, uma grande quantidade de bandas de deformação que evoluem para fissuras curtas.

Nos provetes QI, para cargas elevadas, observa-se grande densidade de fendas de fadiga nos filamentos a 0° , ou seja, com orientação igual à da carga, e o modo de rotura nestes é essencialmente devido à fadiga, podendo haver alguma estrição na fase final de rotura. Nos filamentos a 45° observam-se poucas fissuras de fadiga, e na zona de rotura ocorre estrição, havendo grande deformação plástica. Assim, ao longo do ensaio começa por ocorrer iniciação de fendas nos filamentos a 0° , sendo estes que suportam a maior parte da carga devido à sua maior rigidez. Essas fendas ao atingirem a dimensão crítica provocam a fratura dos filamentos, passando os filamentos a 45° a suportar a maior parte da carga,

acabando por fraturar estaticamente já no final da vida do componente. Os filamentos a 45° sofrem também alguma flexão, devido aos pontos de ancoragem e à direção da carga, ocorrendo neste caso descolagem entre filamentos.

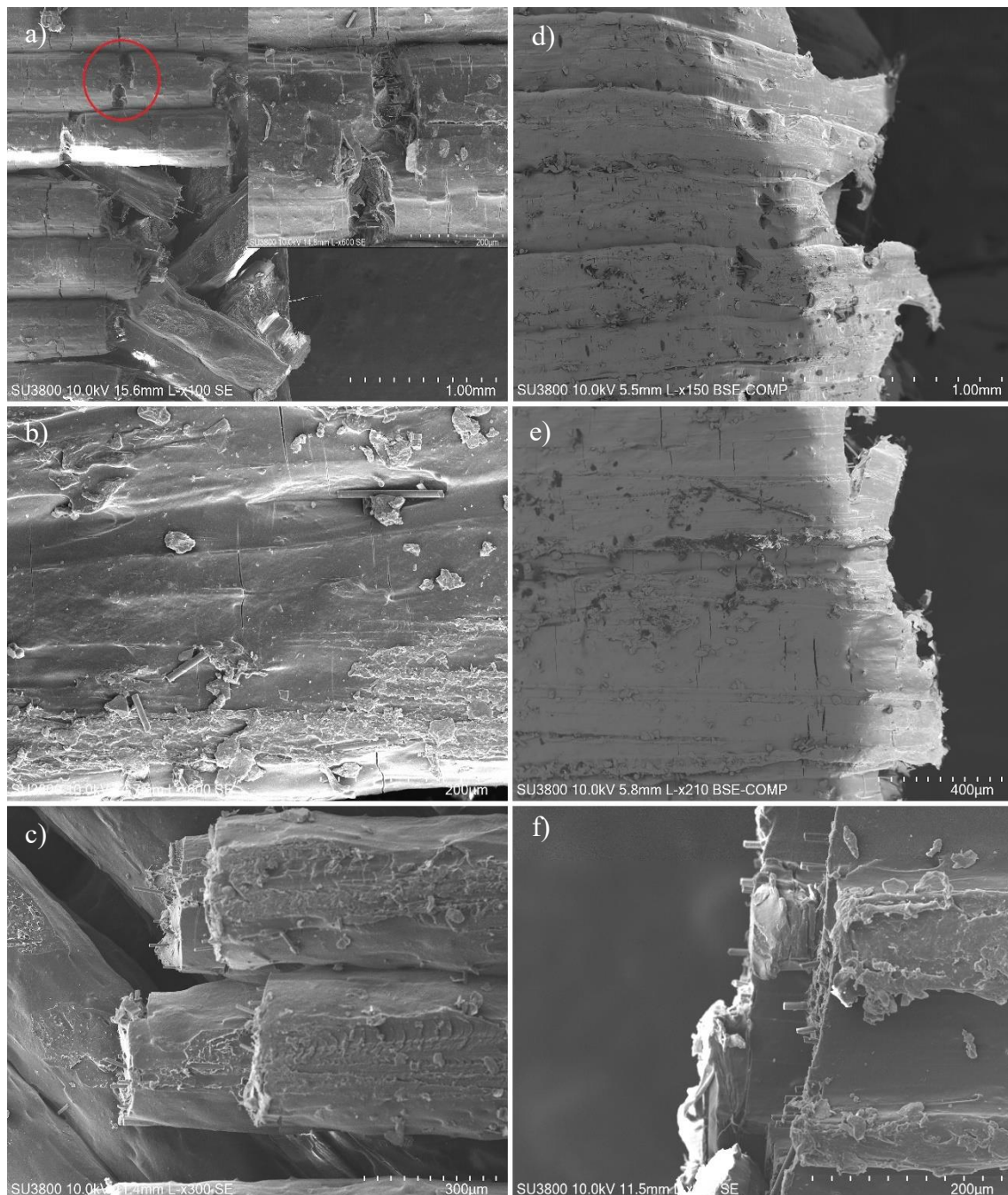


Figura 4.17. Vista lateral da zona de rotura a) *quasi-isotropic* a 90%, b) *quasi-isotropic* a 70%, c) *quasi-isotropic* a 25%, d) concêntrico a 90%, e) concêntrico a 60%, f) concêntrico a 20% de tensão máxima em relação à resistência à tração.

Assim, a perda de rigidez observada deve-se à iniciação e propagação de fendas de fadiga, assim como da descolagem entre os vários filamentos devido às tensões de corte na interface.

Para cargas menores não ocorre estricção, quer nos filamentos a 0° quer a 45°, concluindo-se que a fratura se deve à propagação de fendas por fadiga em ambos. A densidade de fendas é também menor.

Na Figura 4.18 é possível observar a rotura dos filamentos quando sujeitos a diferentes cargas. Quanto menor a carga menor a estricção observada no filamento, tendo os provetes um contorno mais regular. As arestas são também mais definidas, característico de falhas provocadas por propagação de fendas de fadiga. Na Figura 4.18 c) verifica-se que os filamentos a 45° praticamente não sofrem estricção, revelando que a fratura se deve por fadiga. O mesmo não se verifica para cargas elevadas, como é o caso da Figura 4.18 a), onde se nota grande deformação plástica.

Para cargas intermédias vê-se arestas regulares causadas por fissuras de fadiga, mas também alguma deformação plástica, quando a secção é reduzida e a carga ultrapassa a resistência estática. Observa-se também multinucleação de fissuras para os vários níveis de carga, que ao propagarem juntam-se, causando os degraus visíveis nas fractografias.

Observa-se também uma orientação preferencial dos filamentos com a direção de deposição, porém, com alguma variação. Essas inclinações fazem com que as fibras tendam a ser rodadas de forma a ficarem com direção da carga quando o material é tracionado, observando-se alguma deformação plástica na matriz na zona de interface, assim como a abertura das cavidades onde estas se encontram. Revela-se também uma boa dispersão das fibras na matriz, e uma boa adesão entre fibra e matriz.

Os mecanismos de dano são, essencialmente, a fratura das fibras, quando estas têm um comprimento suficiente para que a área de interface seja tal que consiga fixá-las, arrancamento das fibras, ou seja, descolagem destas da matriz, quando o comprimento é reduzido, sendo a área de interface insuficiente, ocorrendo descolagem devido aos esforços de corte que surgem na interface fibra-matriz e a fratura da matriz polimérica. Estes modos de dano podem ser observados na Figura 4.19. Em termos macroscópicos ocorreu também delaminação entre filamentos em alguns casos, devido à iniciação de fendas em zonas distintas, que propiciam a descolagem dos filamentos, como se pode ver pela Figura 4.20.

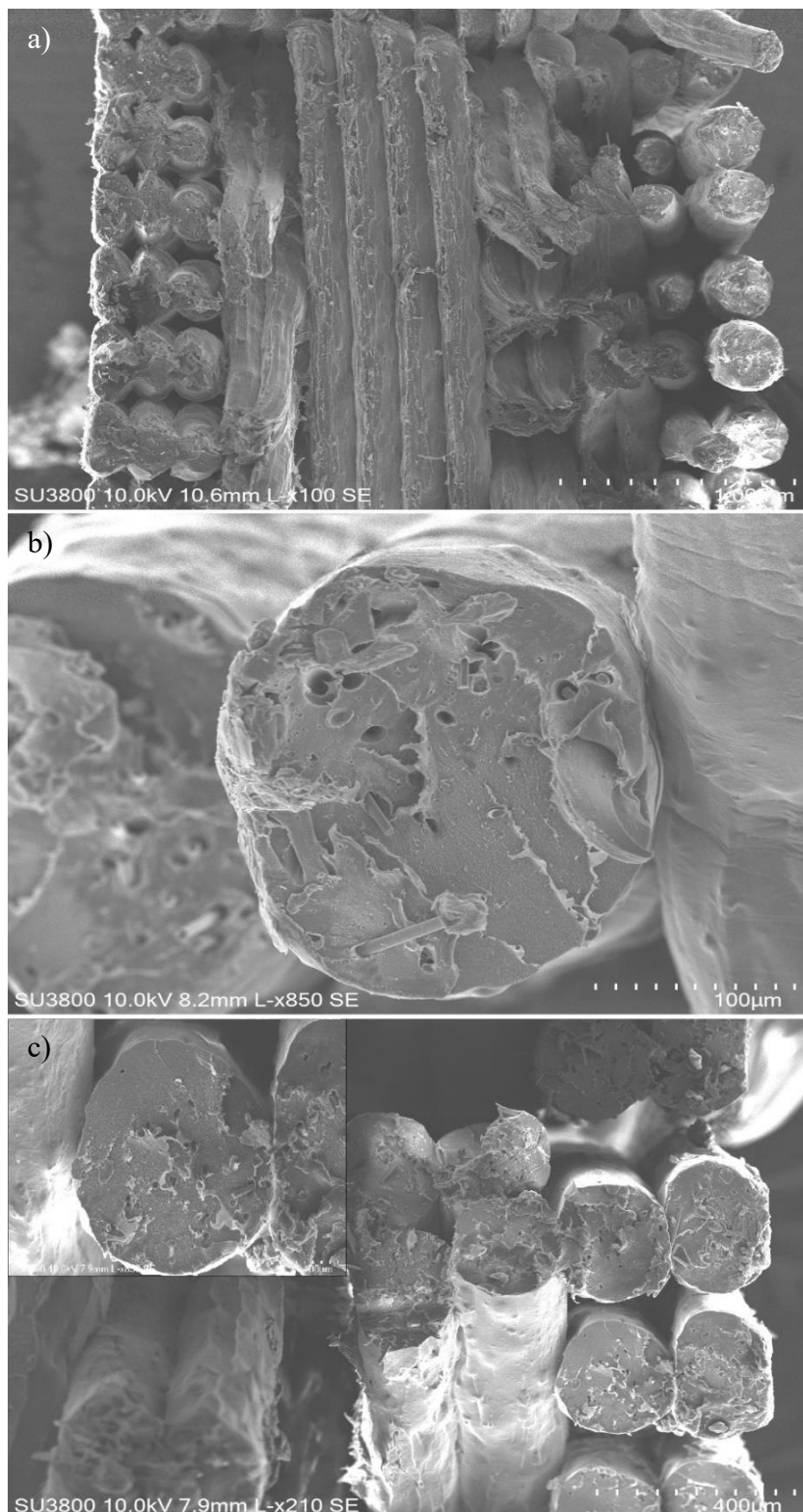


Figura 4.18. Vista frontal da zona de rotura para provetes *quasi-isotropic* a a) 90%, b) 60% e c) 28 % de tensão máxima em relação à resistência à tração.

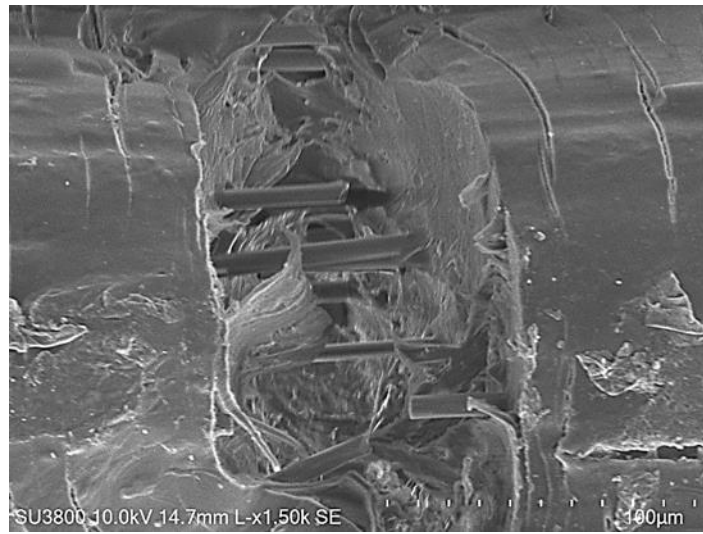


Figura 4.19. Pormenor de uma fissura de fadiga.



Figura 4.20. Exemplo de delaminação entre filamentos.

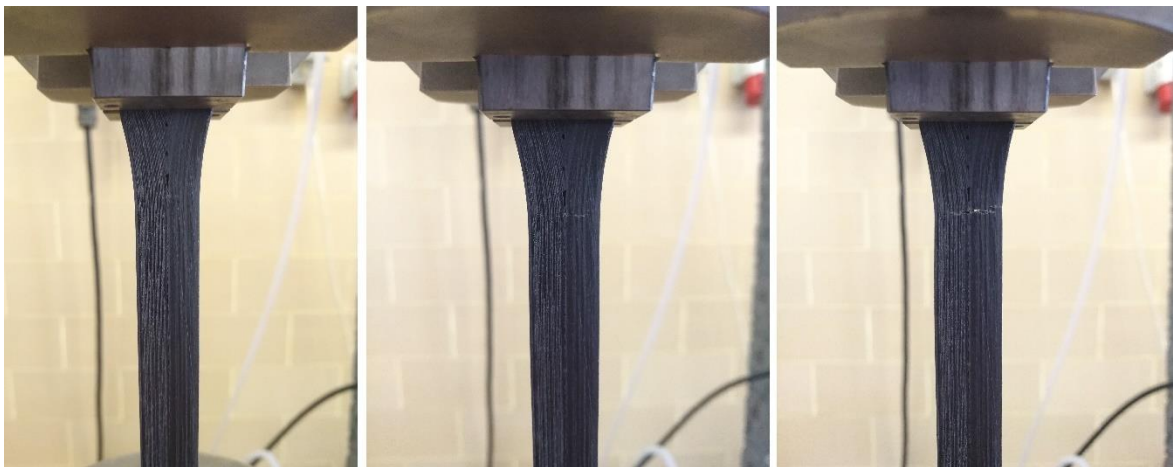


Figura 4.21. Progressão de fenda de fadiga para provete concêntrico.

À semelhança do que aconteceu para os ensaios à tração, os provetes QI tendem a iniciar a fenda lateralmente, propagando-se esta ao longo da largura. Os provetes concêntricos veem, geralmente, a fenda iniciar no centro, junto das descontinuidades interiores provocadas pelo próprio modo de deposição de filamentos, como se mostra na Figura 4.21. No entanto, isso não é constante, ocorrendo falhas também em zonas mais centrais do provete.

5. CONCLUSÕES

Os provetes concêntricos apresentam uma resistência à tração 61,5% superior e um módulo de elasticidade 85,6% superior comparativamente com os provetes QI. Esta melhor resistência mecânica dos provetes concêntricos deve-se à maximização da área transversal, devido à minimização da porosidade provocada pelos vazios entre filamentos e ao alinhamento das fibras curtas com a direção da deposição, que levam a uma melhoria das propriedades mecânicas. No entanto, com o alinhamento dos filamentos com a carga perde-se o efeito da isotropia.

As propriedades mecânicas são fortemente dependentes da matriz, devido às fibras serem curtas. Para além disso, devido ao comportamento viscoelástico da matriz, o comportamento do material é dependente do tempo.

Um aumento da frequência das cargas cíclicas leva a maiores temperaturas, não se observando, no entanto, perdas de vida para as frequências mais elevadas. Frequências baixas provocam uma diminuição do número de ciclos até à rotura devido ao efeito mais pronunciado da fluência.

O comportamento à fadiga do material é descrito por uma curva S-N bilinear, sendo o material menos sensível à carga para cargas elevadas. Ensaio em controlo de deslocamento levam a um aumento do número de ciclos até à rotura, devido à relaxação de tensões. A resistência à fadiga dos provetes concêntricos é superior à dos provetes QI. Há um aumento da tensão limite de fadiga, de 20% para 25% da tensão de rotura, dos provetes QI para os concêntricos.

A perda de rigidez foi utilizada para a avaliação da propagação de dano. Verificaram-se maiores perdas de rigidez para baixas frequências, sendo essa perda tanto maior, quanto maior a carga. Para os provetes QI a perda de rigidez não é tão acentuada, devido às menores cargas e à diferente orientação dos filamentos, que sofrerão diferentes modos de dano, como visto pelas imagens SEM.

No modelo energético houve uma inversão, passando a estar a curva associada aos ensaios a 1 Hz acima da curva 5 Hz, e não ocorreu uma sobreposição das duas, sendo por isso este modelo de previsão de vida inadequado para diferentes frequências.

As fractografias revelam uma boa dispersão de fibras e boa adesão entre fibra e matriz, havendo, no entanto, ainda muita porosidade associada aos vazios entre filamentos. Verifica-se uma maior densidade de fendas para cargas elevadas, e um dano generalizado, enquanto para cargas baixas a densidade de fendas é reduzida. Nos provetes QI a densidade de fendas é superior nos filamentos a 0° , e menor nos restantes, havendo grande deformação plástica nos filamentos a 45° para cargas elevadas. Para cargas baixas a rotura deve-se à propagação de fendas de fadiga para todos os filamentos.

Os principais mecanismos de dano são a fratura de fibras, descolagem das fibras da matriz, rotura da matriz e delaminação entre filamentos.

5.1. Sugestões de trabalhos futuros

Não se conseguiu uma sobreposição das curvas no modelo energético para diferentes frequências. Assim, sugere-se a realização de ensaios a outras frequências, de modo a perceber a causa deste fenómeno. Realizar também ensaios a diferentes razões de tensão e ver se o modelo energético permite uma boa correlação.

Testar outros tipos de *lay-up*, de forma a encontrar uma correlação entre a direção dos filamentos e a resistência mecânicos dos componentes.

Uma grande vantagem do material da matriz do compósito estudado é a resistência ao impacto. Sugere-se testar a resistência ao impacto do compósito estudado e verificar se esta sofre alterações com a adição dos reforços em questão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] “ISO/ASTM 52900:2015. ‘Additive manufacturing-General principles-Terminology’. ISO/ASTM International 2015.”
- [2] J. Bochnia, M. Blasiak, and T. Kozior, “A comparative study of the mechanical properties of fdm 3d prints made of pla and carbon fiber-reinforced pla for thin-walled applications,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 22, 2021, doi: 10.3390/ma14227062.
- [3] C. Ziemian, M. Sharma, and S. Ziemi, “Anisotropic Mechanical Properties of ABS Parts Fabricated by Fused Deposition Modelling,” in *Mechanical Engineering*, no. April, 2012. doi: 10.5772/34233.
- [4] X. Gao, D. Zhang, S. Qi, X. Wen, and Y. Su, “Mechanical properties of 3D parts fabricated by fused deposition modeling: Effect of various fillers in polylactide,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 136, no. 31, p. 47824, Aug. 2019, doi: 10.1002/APP.47824.
- [5] L. Behalek, J. Safka, M. Seidl, J. Habr, and J. Bobek, “Fused deposition modelling vs. Injection moulding: Influence of fiber orientation and layer thickness on the mechanical properties,” *MM Sci. J.*, vol. 2018, no. December, pp. 2722–2726, 2018, doi: 10.17973/MMSJ.2018_12_2018117.
- [6] M. Spoerk, F. Arbeiter, H. Cajner, J. Sapkota, and C. Holzer, “Parametric optimization of intra- and inter-layer strengths in parts produced by extrusion-based additive manufacturing of poly(lactic acid),” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 134, no. 41, p. 45401, Nov. 2017, doi: 10.1002/APP.45401.
- [7] Y. Tao *et al.*, “A review on voids of 3D printed parts by fused filament fabrication,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 15, pp. 4860–4879, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.10.108.
- [8] X. Gao, S. Qi, X. Kuang, Y. Su, J. Li, and D. Wang, “Fused filament fabrication of polymer materials: A review of interlayer bond,” *Addit. Manuf.*, vol. 37, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.ADDMA.2020.101658.
- [9] J. M. Chacón, M. A. Caminero, E. García-Plaza, and P. J. Núñez, “Additive manufacturing of PLA structures using fused deposition modelling: Effect of process parameters on mechanical properties and their optimal selection,” *Mater.*

- Des.*, vol. 124, pp. 143–157, Jun. 2017, doi: 10.1016/J.MATDES.2017.03.065.
- [10] D. Popescu, A. Zapciu, C. Amza, F. Baciuc, and R. Marinescu, “FDM process parameters influence over the mechanical properties of polymer specimens: A review,” *Polym. Test.*, vol. 69, no. May, pp. 157–166, 2018, doi: 10.1016/j.polymertesting.2018.05.020.
- [11] V. Shanmugam *et al.*, “Fatigue behaviour of FDM-3D printed polymers, polymeric composites and architected cellular materials,” *Int. J. Fatigue*, vol. 143, no. August 2020, p. 106007, 2021, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2020.106007.
- [12] S. Pervaiz, T. A. Qureshi, G. Kashwani, and S. Kannan, “3D printing of fiber-reinforced plastic composites using fused deposition modeling: A status review,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 16, Aug. 2021, doi: 10.3390/MA14164520.
- [13] B. Brenken, E. Barocio, A. Favaloro, V. Kunc, and R. B. Pipes, “Fused filament fabrication of fiber-reinforced polymers: A review,” *Addit. Manuf.*, vol. 21, no. February, pp. 1–16, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.01.002.
- [14] S. L. Messimer, T. R. Pereira, A. E. Patterson, M. Lubna, and F. O. Drozda, “Full-density fused deposition modeling dimensional error as a function of raster angle and build orientation: Large dataset for eleven materials,” *J. Manuf. Mater. Process.*, vol. 3, no. 1, Mar. 2019, doi: 10.3390/JMMP3010006.
- [15] L. J. Love *et al.*, “The importance of carbon fiber to polymer additive manufacturing,” *J. Mater. Res.*, vol. 29, no. 17, pp. 1893–1898, 2014, doi: 10.1557/jmr.2014.212.
- [16] H. L. Tekinalp *et al.*, “Highly oriented carbon fiber-polymer composites via additive manufacturing,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 105, pp. 144–150, 2014, doi: 10.1016/j.compscitech.2014.10.009.
- [17] C. Zarna, M. T. Opedal, A. T. Echtermeyer, and G. Chinga-Carrasco, “Reinforcement ability of lignocellulosic components in biocomposites and their 3D printed applications – A review,” *Compos. Part C Open Access*, vol. 6, p. 100171, 2021, doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100171.
- [18] D. Yang, H. Zhang, J. Wu, and E. D. McCarthy, “Fibre flow and void formation in 3D printing of short-fibre reinforced thermoplastic composites: An experimental benchmark exercise,” *Addit. Manuf.*, vol. 37, p. 101686, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.ADDMA.2020.101686.

-
- [19] K. Golos and F. Ellyin, “Generalization of cumulative damage criterion to multilevel cyclic loading,” *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 7, no. 3, pp. 169–176, Jun. 1987, doi: 10.1016/0167-8442(87)90032-2.
- [20] K. Golos and F. Ellyin, “A total strain energy density theory for cumulative fatigue damage,” *J. Press. Vessel Technol. Trans. ASME*, vol. 110, no. 1, pp. 36–41, 1988, doi: 10.1115/1.3265565.
- [21] R. Branco, “Fatigue life prediction of notched components subjected to complex loading,” in *Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica na especialidade de Construção Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade de Coimbra, Coimbra*, 2013.
- [22] S. Mortazavian and A. Fatemi, “Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites: A literature review,” *Int. J. Fatigue*, vol. 70, pp. 297–321, 2015, doi: 10.1016/J.IJFATIGUE.2014.10.005.
- [23] M. T. A. Ansari, K. K. Singh, and M. S. Azam, “Fatigue damage analysis of fiber-reinforced polymer composites—A review:,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 37, no. 9, pp. 636–654, Feb. 2018, doi: 10.1177/0731684418754713.
- [24] M. T. A. Ansari, K. K. Singh, and M. S. Azam, “Fatigue damage analysis of fiber-reinforced polymer composites—A review,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 37, no. 9, pp. 636–654, 2018, doi: 10.1177/0731684418754713.
- [25] K. Agarwal, S. K. Kuchipudi, B. Girard, and M. Houser, “Mechanical properties of fiber reinforced polymer composites: A comparative study of conventional and additive manufacturing methods,” *J. Compos. Mater.*, vol. 52, no. 23, pp. 3173–3181, 2018, doi: 10.1177/0021998318762297.
- [26] H. Brooks, D. Tyas, and S. Molony, “Tensile and fatigue failure of 3D printed parts with continuous fibre reinforcement,” *Int. J. Rapid Manuf.*, vol. 6, no. 2/3, p. 97, 2017, doi: 10.1504/ijrapidm.2017.082152.
- [27] A. Imeri, I. Fidan, M. Allen, D. A. Wilson, and S. Canfield, “Fatigue analysis of the fiber reinforced additively manufactured objects,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 98, no. 9–12, pp. 2717–2724, 2018, doi: 10.1007/s00170-018-2398-7.
- [28] M. Mohammadzadeh, A. Imeri, I. Fidan, and M. Elkelany, “3D printed fiber reinforced polymer composites - Structural analysis,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 175, no. July, p. 107112, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107112.
-

- [29] A. D. Pertuz, S. Díaz-Cardona, and O. A. González-Estrada, “Static and fatigue behaviour of continuous fibre reinforced thermoplastic composites manufactured by fused deposition modelling technique,” *Int. J. Fatigue*, vol. 130, Jan. 2020, doi: 10.1016/J.IJFATIGUE.2019.105275.
- [30] E. Giannakis, C. Koidis, P. Kyratsis, and D. Tzetzis, “Static and fatigue properties of 3D printed continuous carbon fiber nylon composites,” *Int. J. Mod. Manuf. Technol.*, vol. 11, no. 3 Special Issue, pp. 69–76, 2019.
- [31] E. J. Ekoi, A. N. Dickson, and D. P. Dowling, “Investigating the fatigue and mechanical behaviour of 3D printed woven and nonwoven continuous carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 212, no. January, p. 108704, 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2021.108704.
- [32] J. G. Díaz-Rodríguez, A. D. Pertúz-Comas, and O. A. González-Estrada, “Mechanical properties for long fibre reinforced fused deposition manufactured composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 211, no. January, 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2021.108657.
- [33] J. Travieso-Rodriguez, M. D. Zandi, R. Jerez-Mesa, and J. Lluma-Fuentes, “Fatigue behavior of PLA-wood composite manufactured by fused filament fabrication,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 4, pp. 8507–8516, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.06.003.
- [34] F. S. Shahar *et al.*, “Fatigue and impact properties of 3D printed PLA reinforced with kenaf particles,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 16, pp. 461–470, Jan. 2022, doi: 10.1016/J.JMRT.2021.12.023.
- [35] R. Zanjanijam *et al.*, “Low-Cycle Fatigue Behavior of 3D-Printed PLA Reinforced with Natural Filler,” *Polymers (Basel)*, vol. 14, no. 7, p. 1301, Mar. 2022, doi: 10.3390/POLYM14071301.
- [36] K. Essassi, J. luc Rebiere, A. El Mahi, M. A. Ben Souf, A. Bouguecha, and M. Haddar, “Experimental and analytical investigation of the bending behaviour of 3D-printed bio-based sandwich structures composites with auxetic core under cyclic fatigue tests,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 131, no. January, p. 105775, 2020, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.105775.
- [37] M. Ahmadifar, K. Benfriha, M. Shirinbayan, J. Fitoussi, and A. Tcharkhtchi, “Mechanical behavior of polymer-based composites using fused filament fabrication

-
- under monotonic and fatigue loadings;” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 30, 2022, doi: 10.1177/09673911221082480.
- [38] D. Rigotti, A. Dorigato, and A. Pegoretti, “Low-cycle fatigue behavior of flexible 3D printed thermoplastic polyurethane blends for thermal energy storage/release applications,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 138, no. 3, p. 49704, 2021, doi: 10.1002/APP.49704.
- [39] N. Yu, X. Sun, Z. Wang, D. Zhang, and J. Li, “Effects of auxiliary heat on warpage and mechanical properties in carbon fiber/ABS composite manufactured by fused deposition modeling,” *Mater. Des.*, vol. 195, p. 108978, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108978.
- [40] D. Jiang, F. Ning, and Y. Wang, “Additive manufacturing of biodegradable iron-based particle reinforced polylactic acid composite scaffolds for tissue engineering,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 289, p. 116952, 2021, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2020.116952.
- [41] F. S. Senatov, K. V. Niaza, A. A. Stepashkin, and S. D. Kaloshkin, “Low-cycle fatigue behavior of 3d-printed PLA-based porous scaffolds,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 97, pp. 193–200, 2016, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.04.067.
- [42] T. S. Petrovskaya, N. E. Toropkov, E. G. Mironov, and F. Azarmi, “3D printed biocompatible polylactide-hydroxyapatite based material for bone implants,” *Mater. Manuf. Process.*, vol. 33, no. 16, pp. 1899–1904, 2018, doi: 10.1080/10426914.2018.1476764.
- [43] T. Yilmaz, T. Sahin, and T. Sinmazcelik, “Fracture characteristics of high impact polystyrene under impact fatigue loadings,” *J. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 16, pp. 4308–4314, 2009, doi: 10.1007/S10853-009-3640-3.
- [44] M. Sieradzka, J. Fabia, D. Biniaś, T. Graczyk, and R. Fryczkowski, “High-impact polystyrene reinforced with reduced graphene oxide as a filament for fused filament fabrication 3D printing,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 22, 2021, doi: 10.3390/ma14227008.
- [45] A. N. Oumer and D. Bachtiar, “Modeling and experimental validation of tensile properties of sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites,” *Fibers Polym.*, vol. 15, no. 2, pp. 334–339, 2014, doi: 10.1007/S12221-014-0334-5.
- [46] J. A. Sauer, M. Habibullah, and C. C. Chen, “Fatigue of high impact polystyrene

- and influence of surface treatments,” *J. Appl. Phys.*, vol. 52, no. 10, pp. 5970–5976, 1981, doi: 10.1063/1.328528.
- [47] G. Meneghetti, M. Ricotta, G. Lucchetta, and S. Carmignato, “An hysteresis energy-based synthesis of fully reversed axial fatigue behaviour of different polypropylene composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 65, pp. 17–25, Oct. 2014, doi: 10.1016/J.COMPOSITESB.2014.01.027.

APÊNDICE A

O primeiro algoritmo, escrito em Python, surgiu da necessidade de tratar os dados de um conjunto de ensaios de fadiga de curta duração, ensaios estes que devolveram apenas um ficheiro de dados com a totalidade dos pontos para cada ciclo, sendo necessário obter os máximos e os mínimos para cada ciclo. Essa tarefa foi automatizada devido a cada ciclo possuir mais de 250 pontos e ao elevado número de ciclos. Com esses dados, calculou-se e representou-se a gama de deformação, $\Delta\varepsilon$, para cada ciclo i , assim como a rigidez dinâmica, K_d , por ciclo, através da equação (4.1).

O fluxograma do algoritmo está representado na Figura A.1.

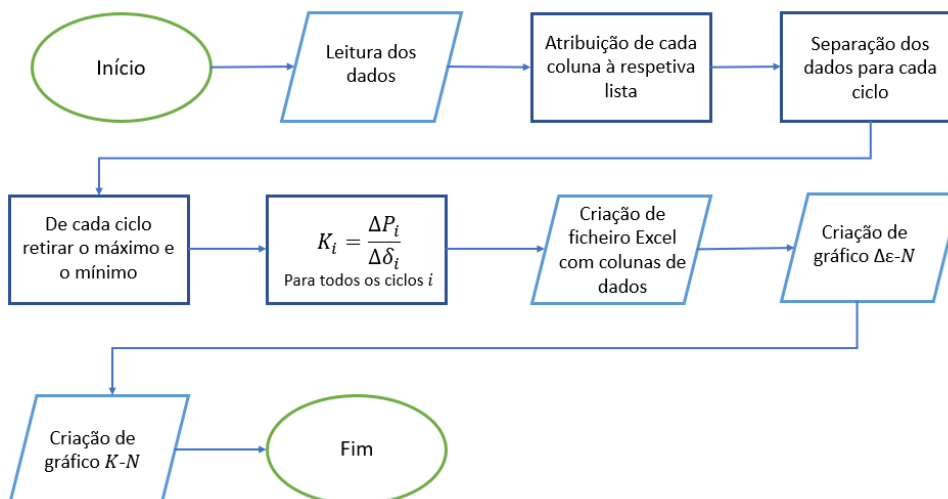


Figura A.1 Fluxograma do algoritmo de máximos e mínimos.

APÊNDICE B

O segundo algoritmo, também em Python, foi desenvolvido de modo a poder aplicar o modelo energético apresentado na secção 2.3.1.1. Devido ao elevado número de ensaios e ao elevado número de ciclos de histerese obtidos por ensaio, o cálculo da área foi feito por integração numérica a partir do conjunto de pontos discretos. Utilizou-se a regra dos trapézios.

Para verificação do algoritmo de integração numérica, em alguns dos ciclos ajustou-se uma curva polinomial de 6º grau, de modo a ter um bom ajuste, à curva superior e inferior, e realizou-se integração analítica da função obtida. Concluiu-se que ambas as metodologias resultam em valores próximos, com uma diferença menor que 1%, pelo que se utilizou a integração numérica por uma questão de facilidade.

O fluxograma do algoritmo está representado na Figura B.1. Por motivos de extensão, subprogramas estão apresentados na Figura B. **Erro! A origem da referência não foi encontrada.**

A área interior de cada ciclo de histerese, i , é então composta por vários trapézios, com início no ponto x . A área interior do ciclo pode ser calculada através da diferença entre a área abaixo da curva superior do ciclo de histerese e a área abaixo da curva inferior do ciclo de histerese. Uma vez que os ciclos de histerese são abertos, para cálculo da área considerou-se o fecho do ciclo através do primeiro e último ponto do cada ciclo.

A diferença da deformação no instante $i + 1$ e i está em módulo pois os dados são seguidos, e na curva inferior do ciclo de histerese os valores de deformação vão decrescendo ao longo do ensaio, até atingir o valor mínimo, passando para a curva de cima.

A rigidez dinâmica foi obtida através do ajuste de uma função linear ao início da descarga dos ciclos de histerese. A inclinação dessa reta, ou seja, o coeficiente da função linear, é a rigidez dinâmica, representada na Figura 4.11. Sendo a gama de tensão a diferença entre a tensão máxima e a mínima, devido à forma dos ciclos de histerese, ajustou-se a função apenas aos primeiros pontos, garantindo que esses ocupam um intervalo de tensão de pelo menos 20% da gama de tensão.

Por fim, devido à evolução não linear da densidade de energia de deformação total ao longo do ensaio, de modo a obter um valor de energia média para o ensaio, com intuito de

fazer o gráfico densidade de energia de deformação total-número de ciclos até à rotura, foi necessário integrar novamente a evolução da densidade de energia ao longo do ensaio, e, dividindo pelo número de ciclos até à rotura, obteve-se então a densidade de energia média do ensaio.

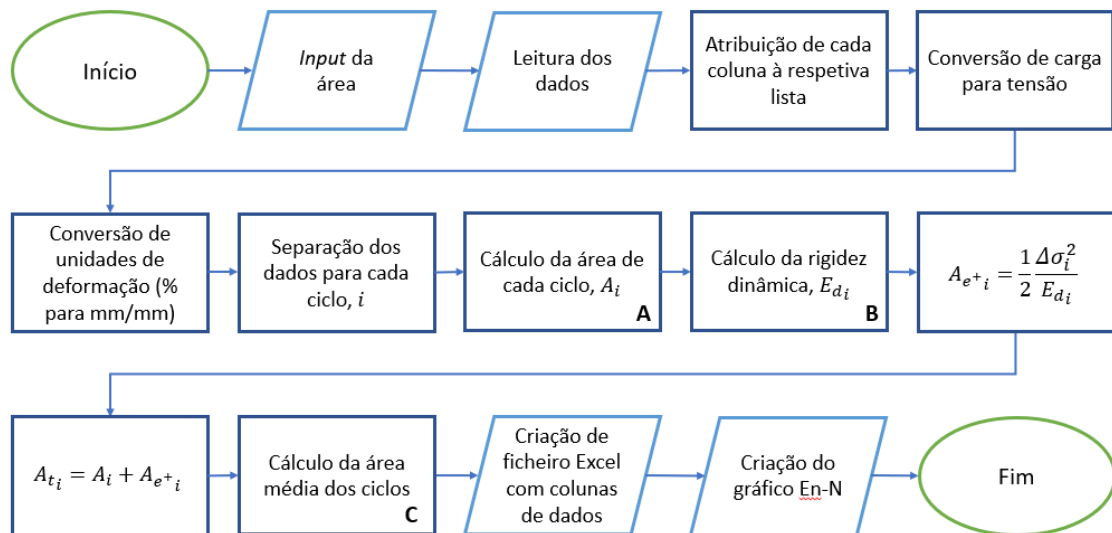


Figura B.1 Fluxograma do algoritmo para cálculo de energias associadas aos ciclos de histerese.

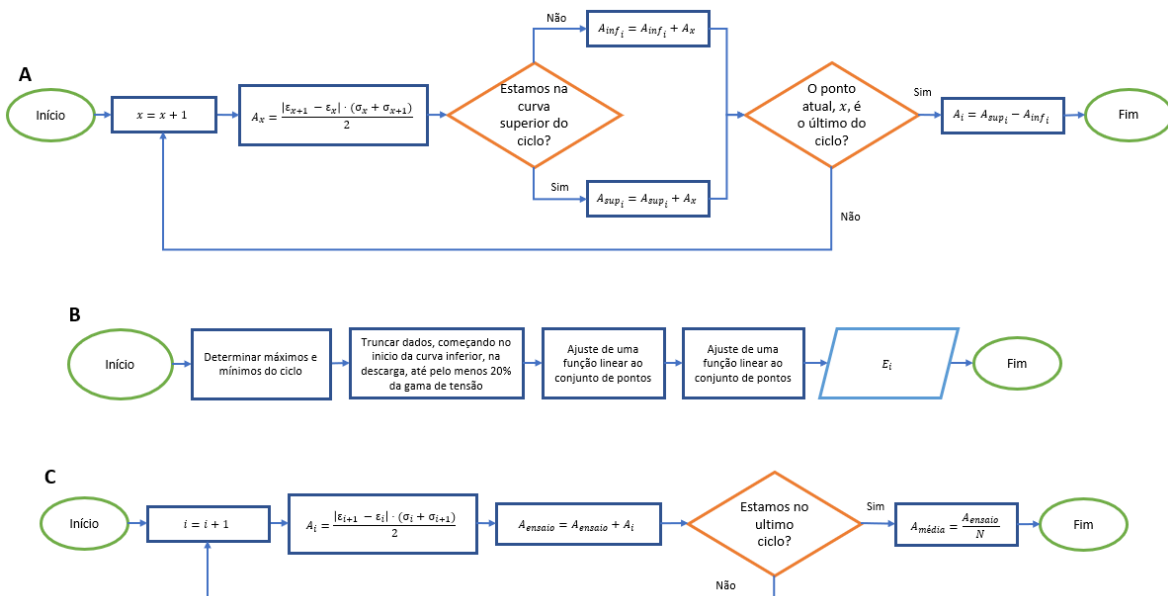


Figura B.2 Fluxograma dos subprogramas, A, B e C, da Figura B.1, correspondentes ao cálculo da área de cada ciclo, cálculo da rigidez dinâmica e cálculo da área média dos ciclos, respetivamente.