

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

Francesco Rossi Lena

**Determinação de métodos de colagem com resinas epóxi para  
fixação de espelhos para raios X em linhas de luz da fonte de  
radiação síncrotron Sirius**

São Carlos

2020

FRANCESCO ROSSI LENA

Título: Determinação de métodos de colagem com resinas epóxi para fixação de espelhos para raios X em linhas de luz da fonte de radiação síncrotron Sirius

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia de Materiais e Manufatura, da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientadora: Prof. Dra. Márcia Cristina Branciforti.

VERSÃO CORRIGIDA

São Carlos

2020

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,  
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS  
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da  
EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

L815d      Lena, Francesco  
              Determinação de métodos de colagem com resinas  
              epóxi para fixação de espelhos para Raios X em linhas  
              de luz da fonte de radiação Sincrotron Sirius /  
              Francesco Lena; orientadora Márcia Cristina  
              Branciforti. São Carlos, 2020.

              Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais  
              e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da  
              Universidade de São Paulo, 2020.

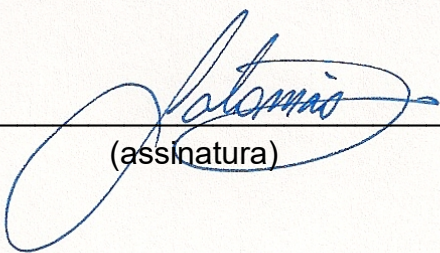
              1. Óptica de raios x. 2. Luz sincrotron. 3.  
              Resinas epóxi. 4. Ultra-alto vácuo. 5. Ligas Invar. I.  
              Título.

## FOLHA DE APROVAÇÃO

<b>Candidato:</b> Francesco Rossi Lena
<b>Título do TCC:</b> Determinação de métodos de colagem com resinas epóxi para fixação de espelhos para Raios X em linhas de luz da fonte de radiação Síncrotron Sirius
<b>Data de defesa:</b> 09/06/2020

Comissão Julgadora	Resultado
Professor Doutor Márcia Cristina Branciforti (orientador)	APROVADO
Instituição: EESC - SMM	
Professor Associado Daniel Varela Magalhães	APROVADO
Instituição: EESC - SEM	
Pesquisador Renan Ramalho Gerales	APROVADO
Instituição: LNLS, CNPEM - Grupo PLL, LNLS	

Presidente da Banca: **Professor Associado Rafael Salomão**



(assinatura)

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço minha família, em especial aos meus pais Célia e Pasquale e minha irmã Sofia, por toda a dedicação e esforços para tornar esses anos de graduação os mais saudáveis possíveis, apoiando-me nos projetos acadêmicos e extracurriculares, sendo o eterno porto seguro.

Agradeço a todos os docentes e funcionários da Escola de Engenharia de São Carlos pelas oportunidades. Ao orientador de iniciações científicas Daniel Varela Magalhães, orientador também do Zenith, grupo onde passei grande parte desses anos em projetos incríveis. Agradeço aos grandes amigos conquistados em São Carlos por termos crescidos juntos em todos os aspectos, amigos para a vida.

À professora Dra. Márcia Cristina Branciforti pela orientação desse trabalho e dicas para a vida. Também ao Pedro Luiz Di Lorenzo do Departamento de Engenharia de Materiais EESC USP pelo auxílio com ensaios nesse trabalho.

Ao CNPEM, onde pude desenvolver o estágio e o trabalho aqui apresentado. Agradecendo em especial ao supervisor Renan Geraldês e aos líderes Lucas Sanfelici e Ricardo Caliari, por todas as oportunidades de atuação nos projetos do grupo e todas as discussões preciosas que me aproximaram do universo de engenharia de precisão. Agradeço também a todos do grupo SIL e MAT do LNLS e LMF do LNNANO pelas colaborações com as atividades desse trabalho e com as demais atividades até então desenvolvidas juntos acerca do projeto Sirius.

## EPÍGRAFE

“Imagination will often carry us to worlds that never were. But without it we go nowhere.”

Carl Sagan, 1980

## RESUMO

Lena, F. R. **Título:** Determinação de métodos de colagem com resinas epóxi para fixação de espelhos para raios X em linhas de luz da fonte de radiação síncrotron Sirius. 2020. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2020.

O projeto foi desenvolvido em torno da futura linha de luz Carnaúba (Coherent X-Ray Nanoprobe Beamline) da nova fonte de luz síncrotron Sirius que contará com foco de raios X de cerca de 30nm. A obtenção do nanofoco só é possível com a correta seleção de componentes ópticos de alta precisão. Exemplos desses elementos são os espelhos focalizadores KB (Kirkpatrick-Baez). Para a linha Carnaúba, os espelhos KB são fabricados em silício monocristalino com tolerâncias geométricas na ordem de poucos nanômetros e serão montados por colagem em bases cinemáticas capazes de otimizar seu desempenho dinâmico em relação a distúrbios externos ao mesmo tempo que evitam deformações de montagem. Desse modo, sua fixação em tais bases é uma tarefa crucial que pode influenciar diretamente na qualidade final do foco. Além de garantir alta rigidez, a fixação deve ser estável em níveis de ultra-alto vácuo ( $<10^{-9}$  mbar) e possuir longo tempo de vida. O adesivo com base em resinas epóxi MasterBond 42HT-2LO foi caracterizado para a aplicação. Sua performance em vácuo foi determinada por medida de gases residuais (Residual Gas Analysis - RGA). A performance da fixação mecânica foi estudada através do ensaio de tração de corpos de prova de silício e Invar e por meio de análises modais. Uma liga ferro-níquel Invar com coeficiente de expansão térmica linear com diferença de apenas 16% daquela do silício à 35°C foi desenvolvida para fabricação da base. As tensões residuais decorrentes do encolhimento das resinas no processo de cura foram quantificadas através da medida de deformações em lâminas de vidro por sensores capacitivos em um dispositivo desenvolvido para tal. Os resultados do último ensaio foram utilizados para a configuração de materiais customizados para análise por elementos finitos (FEA) no software ANSYS para então final projeto dos suportes, tendo como estimativa uma deformação de baixa frequência com amplitude máxima de cerca de 5 nanômetros para o espelho mais crítico, deformação essa com impacto insignificante na qualidade final do foco.

Palavras-chave: Luz Síncrotron. Raios-X. Nanofoco. Ultra-alto vácuo. Resina epóxi. Tensões residuais. Ligas Invar.

## ABSTRACT

Lena, F. R. **Título:** Determination of bonding methods with epoxy resins to fix mirrors for X-rays in beamlines of the Sirius synchrotron light source. 2020. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2020.

The project was developed within the scope of the future Carnaúba beamline (Coherent X-Ray Nanoprobe Beamline) at the new synchrotron light source Sirius that will feature an X-ray focus of about 30nm. Obtaining the nanofocus is only possible with the correct selection of high-precision optical components. Examples of these elements are KB focusing mirrors (Kirkpatrick-Baez). For the Carnaúba beamline, KB mirrors are manufactured in monocrystalline silicon with geometric tolerances in the order of a few nanometers and will be mounted by gluing on kinematic bases capable of optimizing their dynamic performance in respect to external disturbances while avoiding mounting deformations. Thus, its fixation on such bases is a crucial task that may directly influence the final quality of the focus. In addition to high stiffness, stability at ultra-high vacuum levels ( $<10^{-9}$  mbar) and a long-life span are required. The adhesive based on epoxy resins MasterBond 42HT-2LO was characterized for the application. Its vacuum performance was determined by a Residual Gas Analyzes (RGA). The performance of the mechanical fixation was studied through the tensile test of silicon and Invar specimens and through modal analyses. An Invar iron-nickel alloy with a linear thermal expansion coefficient with a difference of only 16% from that of silicon at 35 °C was developed for the base. Residual stresses resulting from the shrinkage of resins in the curing process were quantified by measuring deformations in glued glass slides with capacitive sensors in a device developed for this purpose. The results of the last test were used for the configuration of customized materials for finite element analysis (FEA) in the ANSYS software for the final design of the supports, with a low frequency strain estimated with a maximum amplitude of about 5 nanometers for the most critical mirror, a deformation with insignificant impact on the final quality of the focus.

**Keywords:** Synchrotron Light. X ray. Nanofocus. Ultra-high vacum. Epoxy resin. Residual stresses. Invar alloy.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura I-1: Primeira fonte de luz síncrotron do Brasil – o UVX, do LNLS	19
Figura I-2: Ilustração dos componentes da fonte nacional de luz Síncrotron	20
Figura I-3: Vista aérea do Sirius em construção	21
Figura I-4: Esquema de componentes da linha de luz Carnaúba	22
Figura I-5: Distâncias dos elementos ópticos da linha de luz Carnaúba	22
Figura I-6: Esquema de espelhos KB	23
Figura I-7 e I-8: Espelhos HFM (a) e VFM (b) da estação Tarumã em suas bases	23
Figura I-9: Renderização do sistema de montagem do espelho de focalização horizontal (VFM) da estação experimental Tarumã	24
Figura I-10: Projeto de base de Invar 37 para HFM Tarumã	25
Figura I-11: Estrutura de um grupo epóxi	25
Figura I-12: Reação de desidrohalogenação de ácidos hidroxílicos e epicloridrinás	26
Figura I-13: Reação de duas etapas para formação de BADGE	27
Figura I-14: Propriedades reológicas e estruturais de uma resina epóxi ao longo da cura	27
Figura I-15: Curva de energia potencial por distância interatômica	30
Figura I-16: Sistema massa-mola simples	34
Figura I-17: Sistema massa-mola-amortecedor simples	35
Figura I-18: Gráfico de Bode de um sistema massa-mola-amortecedor simples	37
Figura I-19: Operador impactando martelo a um sistema mecânico para análise modal	38
Figura III-1: Limite de resistência a tração para as resinas previamente selecionadas	40
Figura III-2: Modulo elástico para as resinas previamente selecionadas	40
Figura III-3: Tempo de trabalho para as resinas previamente selecionadas	41
Figura III-4: Seringas com as partes A e B da cola MasterBond 42HT-2LO	41
Figura III-5: Balança Urano 420 utilizada	42
Figura III-6: Sistema de vácuo construído para remoção de bolhas de ar das amostras	43
Figura III-7: dispositivo de aplicação de cola	43
Figura III-8: Rugosímetro digital Mitutoyo SJ-210	44
Figura III-9: Medição de rugosidade do espelho KB VFM Tarumã	45
Figura III-10: Sistema de alinhamento e pré-carga para colagem dos corpos de prova	46
Figura III-11: Pinos de Invar colados em retalhos de silício	46
Figura III-12: Máquina de ensaio de tração Instron EMIC 30KN (a) e garras GR001 (b)	47

Figura III-13: dispositivo para preparo de amostras de MEV - deposição de ouro	47
Figura III-14: Geometrias dos corpos de prova para colagem Invar-Invar	48
Figura III-15: Pinos de Invar 39 colados para ensaio de adesão Invar-Invar	48
Figura III-16: Lâminas de microscopia Perfecta em estado natural (a) e lâminas após deposição de alumínio por Sputtering (b)	49
Figura III-17: Esquema de funcionamento de sistema de medição de deformações induzidas por tensões residuais em lâminas de vidro	50
Figura III-18: Vista explodida do sistema desenvolvido para medição de deformações induzidas pelas tensões residuais	50
Figura III-19: Posição dos sensores capacitivos em relação a lâmina de vidro colada e a base de referência para compensação de variação térmica e geometria das respectivas bases	51
Figura III-20: Base de testes montada com os sensores capacitivos (a) e detalhe da base com a lâmina de vidro colada e da base de referência (b)	51
Figura III-21: Simulação de deformação de uma lâmina de vidro na base de alumínio	52
Figura III-22: Procedimento para deposição de filme de aproximadamente 140 $\mu\text{m}$	53
Figura III-23: Estação de bombeamento de alto vácuo equipada com espectrômetro RGA200 para análise de gases residuais	53
Figura III-24: Bomba turbo molecular Hi Pace TC110 e bomba mecânica seca Adixen	54
Figura III-25: Espectrômetro para análise de gases residuais RGA200 com limite de detecção de até 200ua	54
Figura III-26: Geometria dos corpos de prova e corte do tarugo de amostra de Invar 39	55
Figura III-27: Dilatômetro NETZSCH 402 (a) e detalhe da câmara de amostras (b)	56
Figura III-28: CAD do protótipo fabricado para análise em frequência	57
Figura III-29: Colagem do protótipo de alumínio na base cinemática	57
Figura III-30: Detalhe da superfície inclinada utilizada para garantir o alinhamento	58
Figura III-31: Espelho "dummy" de alumínio colado na base cinemática de AISI 304	58
Figura III-32: Martelo 086C03 (a), acelerômetro 8766a500b (b) e placa de aquisição Ni USB 4431 (c) utilizados	59
Figura III-33: Sistema de coordenadas adotado na análise em frequência	59
Figura IV-1: Simulação da deformação gerada pelo próprio peso da lâmina (máxima 1,61 $\mu\text{m}$ ) (a) e pela força do apalpador (máxima 1,75 $\mu\text{m}$ ) (b)	62
Figura IV-2: : Montagem de medição de lâminas com a MMC (a) e deformação medida ao longo da linha média da superfície superior da lâmina de ponta-a-ponta (b)	63

Figura IV-3: Montagem de testes para aplicação de pré-carga para teste de definição da camada de cola com microesferas de 50 $\mu\text{m}$	63
Figura IV-4: Micrografia da camada de cola definida pelas microesferas de 50 $\mu\text{m}$ e pré-carga de 0,105 Mpa (a e b)	64
Figura IV-5: Micrografia da camada de cola definida pelas microesferas de 50 $\mu\text{m}$ e pré-carga de 0,035 Mpa	64
Figura IV-6: Espectros da atmosfera da câmara obtidos no início e no final do teste (8 dias) - pressão parcial dos elementos	65
Figura IV-7: Espectros médio de todas as primeiras 1000 medições	66
Figura IV-8: Pressão parcial dos elementos entre 44 e 200 u detectados durante os 8 dias de teste	67
Figura IV-9: Contribuição da pressão parcial de elementos entre 44 e 200 u na pressão total da câmara	68
Figura IV-10: Lâmina de vidro com resina 42HT-2LO após teste de RGA	69
Figura IV-11: Curva de Tensão x Deslocamento para 8 corpos de prova de silício e Invar	70
Figura IV-12: Corpo de prova de Invar e silício colados com MasterBond 42HT-2LO preso nas garras para ensaio de tração	70
Figura IV-13: Micrografias das superfícies dos retalhos de silício após os ensaios de tração dos corpos de prova 1 a 8 (a até h). Zeiss SteREO Discovery V4	72
Figura IV-14: Processo de deposição de ouro por sputtering e amostra metalizada	73
Figura IV-15: Micrografia por MEV da zona de transição do descolamento	73
Figura IV-16: Micrografia por MEV da superfície da fratura	74
Figura IV-17: Micrografia por MEV da superfície do silício (a) e detalhe de porção de resina remanescente (b)	74
Figura IV-18: Micrografias por MEV de esferas de vidro apresentando baixa interação com a matriz epóxi (a e c) e detalhe das interfaces das mesmas (b e d)	75
Figura IV-19: Micrografia por MEV de esferas de vidro que apresentaram quebra (a e b)	76
Figura IV-20: Micrografia das granalhas de vidro utilizadas no jateamento	77
Figura IV-21: : Corpos de prova colados de 2 a 4 (a) e sistema de parafuso utilizado para fixação nas garras da máquina de ensaio de tração (b)	78
Figura IV-22: Curva de Tensão x Deslocamento para 8 corpos de prova de silício e Invar	79
Figura IV-23: Micrografias óptica das superfícies dos corpos de prova de Invar após o rompimento em tração uniaxial (a até d)	80

Figura IV-24: Seção transversal do corpo de prova número 1 embutida em resina poliéster. Polimento até pasta de diamante de 9µm	81
Figura IV-25: Detalhe do menisco formado e suas dimensões	81
Figura IV-26: Detalhe da fratura da camada de cola entre as duas faces de Invar 39	82
Figura IV-27: Colagem da lâmina de vidro metalizada utilizada no primeiro teste de medida de deformações	82
Figura IV-28: Encolhimento percentual da camada de 50µm de cola MasterBond 42HT-2LO em função do tempo de teste (teste 01)	83
Figura IV-29: Deslocamento relativo da extremidade esquerda da lâmina colada no teste 1	84
Figura IV-30: Perfil de deslocamento da lâmina de vidro simulado com elementos finitos	85
Figura IV-31: Estimativa de tensões da camada de cola realizadas a partir da correlação com a simulação (azul) e relação analítica 2D e 3D (vermelho e amarelo, respectivamente) para o primeiro teste	86
Figura IV-32: Estimativa de tensões da camada de cola realizadas a partir da correlação com a simulação (azul) e relação analítica 2D e 3D (vermelho e amarelo respectivamente) para o segundo teste	87
Figura IV-33: Perfis de deslocamento para simulação com novo valor de encolhimento (azul) e de módulo elástico (vermelho)	88
Figura IV-34: Geometria simulada – Espelho HFM de silício e base de Invar 37. Região de polimento óptico na superfície óptica representada em verde	90
Figura IV-35: Conjunto de espelho HFM de silício e base de Invar 37 simulados para encolhimento da camada de cola. Deformação do espelho de silício	90
Figura IV-36: Perfil de deformação na linha do feixe na superfície óptica causada pela contração da cola durante sua cura	91
Figura IV-37: Perfil de deformação da superfície óptica na linha do feixe obtido por simulação para o espelho KB HFM Tarumã	91
Figura IV-38: Tensões (Von Misses) presentes no espelho de silício e na base de Invar	92
Figura IV-39: Conjunto de espelho HFM de silício e base de Invar 37 simulados para encolhimento da camada de cola. Deformação do espelho de silício	92
Figura IV-40: Perfil de deformação da superfície óptica na linha do feixe obtido por simulação para o espelho KB VFM Tarumã	93
Figura IV-41: Perfil de intensidade no foco da estação Tarumã sem considerar a deformação adicional da colagem do espelho VFM	94

Figura IV-42: Perfil de intensidade no foco da estação Tarumã considerando a deformação adicional da colagem do espelho VFM	94
Figura IV-43: Gráfico Deformação versus Temperatura para amostra 01 de Invar 39 nas condições sem (Test 1) e com (Test 2) platô isotérmico no início do teste	96
Figura IV-44: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 39	97
Figura IV-45: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 36	97
Figura IV-46: CTE do Si entre -273 e 200°C	100
Figura IV-47: CTE do invar em relação a concentração de níquel	101
Figura IV-48: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 37.	102
Figura IV-49: CAD do protótipo HFM Tarumã fabricado e sistema de coordenadas	103
Figura IV-50: Superfícies de colagem na base de AISI 304 (a até c). Cada interface possui 8mm de diâmetro	103
Figura IV-51: Ponto de impacto (a) e pontos de posicionamento do acelerômetro (b)	104
Figura IV-52: FRF HFM eixo X	104
Figura IV-53: FRF HFM eixo Y	105
Figura IV-54: FRF HFM eixo Z	105

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Coeficiente de expansão térmica linear $\mu\text{m}/(\text{m}.\text{°C})$ para diferentes ligas de invar de 25°C até a temperatura indicada de acordo com a norma ASTM B753.....	32
Tabela 2: Valores de tensão de ruptura dos ensaios de adesão Silício - Invar .....	71
Tabela 3: Massa de cola utilizada na colagem de cada corpo de prova Invar-Invar. ....	78
Tabela 4: Principais propriedades dos materiais utilizados nas simulações.....	89
Tabela 5: Tabela preliminar de CTE para Invar 39 e 36. ....	98
Tabela 6: Coeficientes para interpolação do CTE do Si.....	99
Tabela 7: Análise química da amostra de Invar 39. ....	100
Tabela 8: Valores de CTE determinados para as três ligas Invar. ....	102

## SUMÁRIO

<b><i>I.</i></b>	<b><i>Introdução.....</i></b>	<b><i>19</i></b>
	Fonte de luz síncrotron .....	19
	Sirius.....	21
	Linha de luz Carnaúba .....	21
	Óptica KB .....	23
	Resinas epóxi.....	25
	Expansão térmica e ligas Invar (Ferro Níquel) .....	29
	Resposta em frequência e Análise Modal.....	33
<b><i>II.</i></b>	<b><i>Objetivos .....</i></b>	<b><i>39</i></b>
<b><i>III.</i></b>	<b><i>Materiais e Métodos.....</i></b>	<b><i>40</i></b>
	MasterBond 42HT-2LO.....	40
	Processo de colagem.....	42
	Medição de rugosidade .....	44
	Adesão aos substratos .....	44
	Tensões residuais.....	49
	Análise de gases residuais (RGA) .....	52
	Simulações.....	54
	Dilatometria linear .....	55
	Análise em frequência.....	56
<b><i>IV.</i></b>	<b><i>Resultados e Discussão.....</i></b>	<b><i>60</i></b>
	Definição da camada de cola .....	60
	Estabilidade do material em vácuo.....	65
	Adesão aos substratos .....	69
	Tensões residuais.....	82
	Simulação .....	87
	Dilatometria Linear .....	96
	Análise em frequência.....	102
<b><i>V.</i></b>	<b><i>Conclusão.....</i></b>	<b><i>107</i></b>
<b><i>VI.</i></b>	<b><i>Bibliografia .....</i></b>	<b><i>108</i></b>



# I. Introdução

## Fonte de luz síncrotron

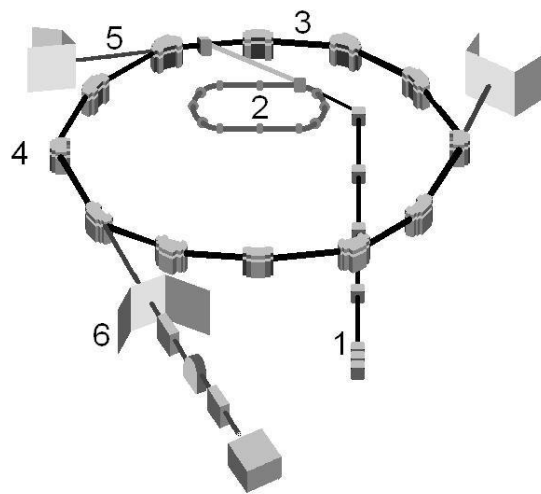
Uma fonte de luz síncrotron é uma fonte de radiação eletromagnética de amplo espectro produzido a partir do desvio de trajetória de partículas, em geral elétrons. Sua principal aplicação prática é a produção de feixes de raios X de alto brilho, utilizados para estudo da matéria em técnicas de tomografia, difração de raios X e espectroscopia, por exemplo. Fontes de luz síncrotron são capazes de produzir feixes de alta energia com brilho diversas ordens de magnitude superior que feixes produzidos por tubos convencionais, além de possuir alto nível de polarização, colimação e baixa emitância (FRISCH).

Seu funcionamento consiste em um conjunto de aceleradores e armazenadores capazes de levar um feixe de elétrons a velocidades relativísticas. O primeiro deles consiste em um acelerador linear, denominado *Linac*, responsável por gerar e colimar um feixe de elétrons. Esse feixe é guiado por campos magnéticos gerados por imãs até o segundo acelerador, o *Booster*, onde os elétrons ganham energia e são acelerados até velocidades relativísticas (CNPEM, 2019). Com alta energia, esses elétrons são inseridos no maior anel, o armazenador, onde permanecem para extração de radiação síncrotron. Um exemplo de fonte síncrotron é o antigo laboratório UVX, do CNPEM (Figura I-1).



*Figura I-1: Primeira fonte de luz síncrotron do Brasil – o UVX, do LNLS (CNPEM, 2019).*

Esses feixes são guiados por campos magnéticos em um circuito fechado de trechos retos. A cada final de trecho reto há um dispositivo para curvar sua trajetória, denominado *bending magnet*, composto por ímãs. Ao ter sua trajetória alterada, os elétrons emitem fótons de intensidade proporcional a sua aceleração. Outros dispositivos utilizados para a produção de fótons são dispositivos de inserção como onduladores, onde os elétrons, ainda nos trechos retos, são forçados a uma trajetória sinusoidal gerada por campos magnéticos alternados, produzindo feixes de alta intensidade, vide Figura I-2 (FRISCH).

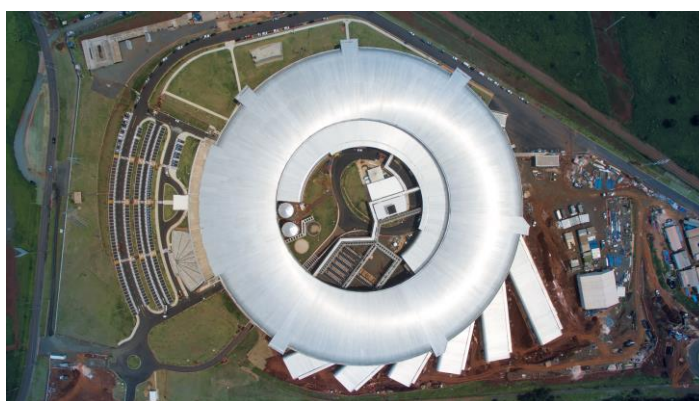


*Figura I-2: Ilustração dos componentes da fonte nacional de luz Síncrotron – UVX, do LNLS. Os elementos de interesse são 1) acelerador linear Linac, 2) Booster, 3), 4) Bender, Anel armazenador e 6) Linha de luz (GASPERINI, 2011).*

Os fótons então emitidos continuam sua trajetória retilínea saindo do acelerador e adentrando as linhas de luz – conjuntos de instrumentação óptica utilizados para experimentos com radiação síncrotron. Nas linhas de luz, monocromadores ou filtros são utilizados para selecionar a faixa de energia necessária para os experimentos. Espelhos e lentes direcionam e focalizam a radiação para as amostras em estações experimentais.

## Sirius

O Sirius é a mais nova fonte de radiação do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), no Centro Nacional de Pesquisas em Energia e Materiais (CNPEM) (Figura I-3), situado na cidade de Campinas, São Paulo. É a segunda fonte de luz Síncrotron construída no país, uma das poucas de quarta geração no mundo, e contará com anel de armazenamento de pouco mais de 518 metros de circunferência e feixe de 3GeV. Atualmente o projeto conta com 13 linhas de luz em construção ou planejamento (CNPEM, 2019).



*Figura I-3: Vista aérea do Sirius em construção (CNPEM, 2019).*

## Linha de luz Carnaúba

Uma das principais linhas de luz em construção no laboratório Sirius é a Carnaúba (Coherent X-Ray Nanoprobe Beamline), que combina múltiplas técnicas que utilizam absorção, espalhamento e emissão de raios X em foco nanométrico, de até 30nm (LNLS).

A linha operará com feixe entre 2 e 14 keV, podendo estudar elementos leves, e elementos essenciais como fósforo e enxofre, em diferentes modos, inclusive de varredura da amostra em duas estações experimentais - Tarumã e Sapoti. Essas estações se diferem principalmente pelo tamanho de foco final, podendo estudar a amostra em ar, vácuo e atmosferas diversas – inclusive reativas, criogênicas e aquecidas.

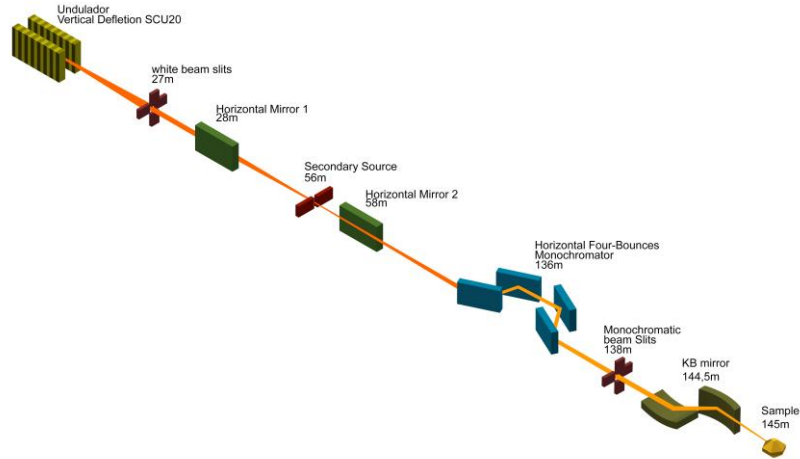


Figura I-4: Esquema de componentes da linha de luz Carnaúba (CARNAUBA, 2020).

A linha possuirá cerca de 145 metros de comprimento e é a maior do laboratório (Figura I-4). Linhas de Raios X em geral utilizam ópticas de espelhos e, devido à natureza desse espectro, ângulos de incidência extremamente baixos, menores que os ângulos críticos, são necessários para obter-se reflexão com eficiência aceitável. Por isso as grandes distâncias entre os componentes (Figura I-5).

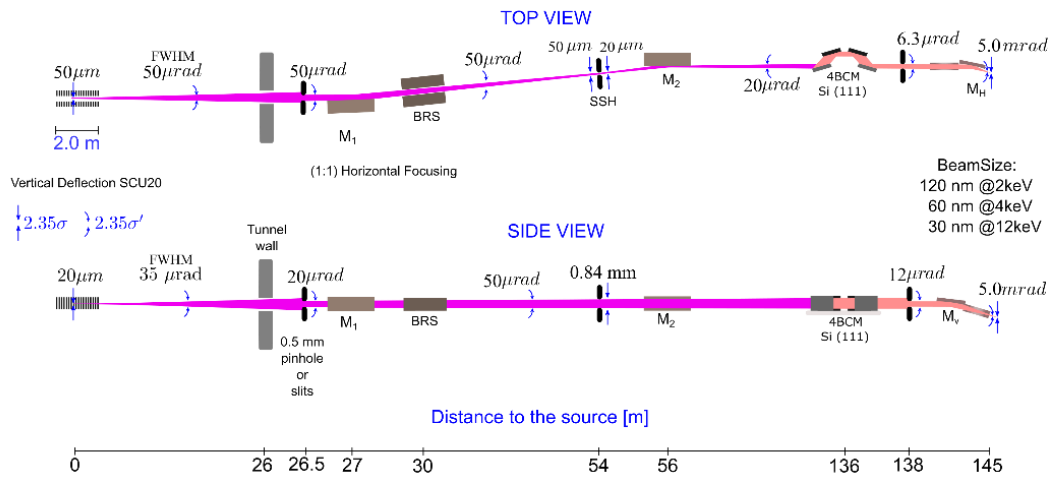


Figura I-5: Distâncias dos elementos ópticos da linha de luz Carnaúba na configuração para a estação Sapoti em vista de topo e lateral. Destaque aos elementos  $M_v$  e  $M_h$ , espelhos KB que serão discutidos adiante (LNLS).

## Óptica KB

A linha de luz Carnaúba é uma das linhas do Sirius que será equipada com espelhos KB (Kirkpatrick-Baez). Os espelhos KB (Figura I-6) são os elementos ópticos finais responsáveis pela focalização do feixe de raios X no plano da amostra, garantindo foco nanométrico (até 20-50nm). Em geral, o sistema de óptica KB compreende dois espelhos perpendiculares para focalização vertical e horizontal sequencialmente de maneira independente (*Vertical Focusing Mirror*, VFM e *Horizontal Focusing Mirror*, HFM) (ROSS, 2011).

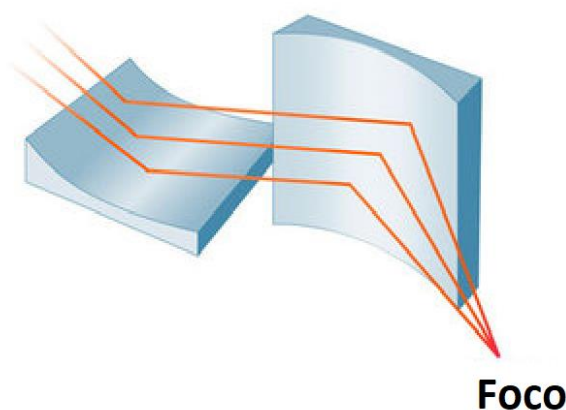


Figura I-6: Esquema de espelhos KB (ROSS, 2011).

Cada uma das duas estações experimentais (Tarumã e Sapoti) da linha Carnaúba contará com um par de espelhos KB (Figura I-7). Esses espelhos são fabricados pela japonesa *J Tech* em blocos de silício monocristalino, possuindo tolerância geométrica de figura óptica na ordem de nanômetros e rugosidade RMS em angstroms.

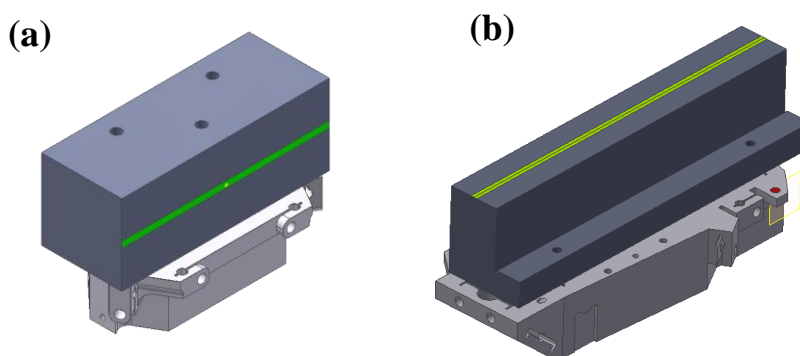
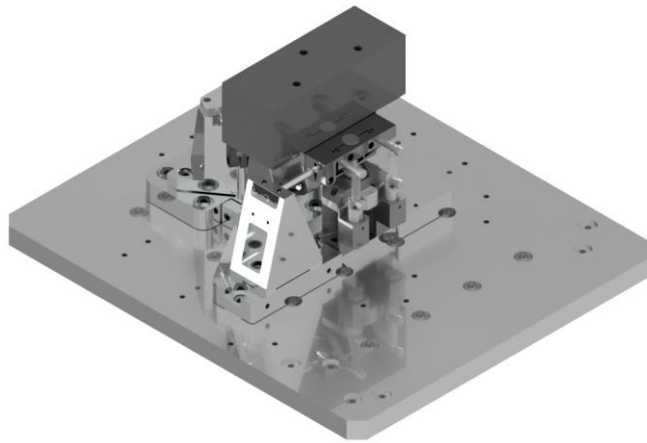


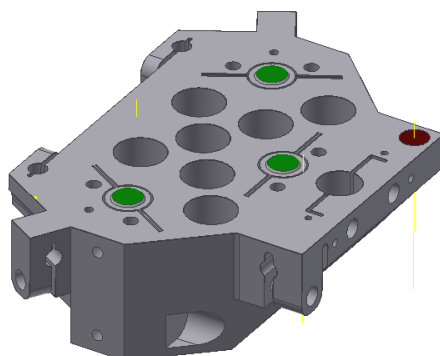
Figura I-7: Espelhos HFM (a) e VFM (b) da estação Tarumã em suas bases. Área de polimento óptico. [Fonte: autor]



*Figura I-8: Renderização do sistema de montagem do espelho de focalização horizontal (VFM) da estação experimental Tarumã. [Fonte: autor]*

Devido às tolerâncias geométricas estreitas para a superfície óptica dos espelhos, deformações durante a montagem devem ser controladas abaixo de limites de projeto. Diversas formas de fixação foram analisadas pelo grupo de Suporte e Instrumentação de Linha de Luz (SIL) do LNLS. Formas de fixação convencionais com parafusos mostraram-se inviáveis devido ao fato de que a força de aperto nos parafusos necessária para garantir acoplamento quase-cinemático dos espelhos em seus suportes (Figura I-9) com rigidez de contato suficiente resulta em deformações inaceitáveis, na ordem de dezenas de nanômetros. Uma alternativa foi proposta com o uso de fixação por colagem, sendo assim possível garantir alta rigidez da união do espelho com sua base sem o uso de carregamento mecânico (Figura I-8).

Uma vez colados, os espelhos estão sujeitos a expansão e contração térmica, assim como sua base. Caso os valores dos coeficientes de expansão térmica (do inglês, CTE) de ambos sejam diferentes, tensões surgem, acarretando a deformação do espelho. Esforços foram colocados no projeto de sistemas de controle de temperatura nos ambientes de operação dos espelhos, garantindo estabilidade em 24°C com variação máxima de 0,1°C. Entretanto, mesmo essa pequena variação de temperatura pode ser problemática. Desse modo, uma liga de baixo CTE ferro-níquel Invar foi desenvolvida com o intuito de possuir o CTE próximo ao do silício, de aproximadamente 2,5  $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$  na temperatura de 24°C (MATWEB).

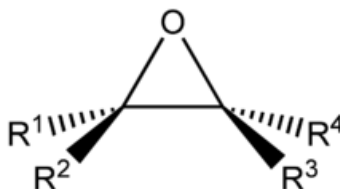


*Figura I-9: Projeto de base de Invar 37 para HFM Tarumã. Pontos de colagem em verde.  
[Fonte: autor]*

## **Resinas epóxi**

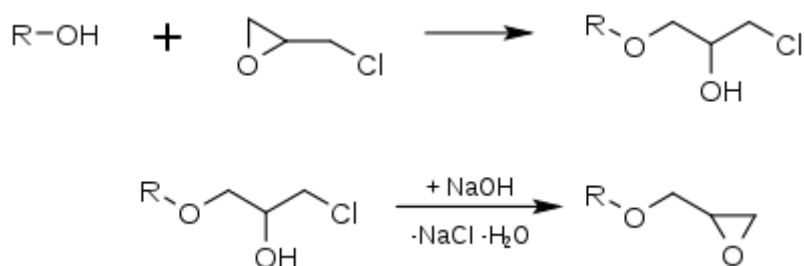
Resinas epóxi fazem parte das classes de adesivos estruturais ou de engenharia e possuem limite de escoamento na ordem de dezenas de mega pascais, além de alta resistência ao cisalhamento. São, em geral, sistemas de duas partes que curam através da formação de ligações cruzadas induzida por catalizadores, calor e/ou radiação (exemplo: UV). Essa polimerização por ligações cruzadas se dá entre monômeros epoxílicos e correagentes como aminas, fenóis, álcoois etc. (CALISTER, 2016).

A polimerização desses poliepoxídeos (Figura I-10) resulta em um material termofixo com propriedades mecânicas de alto interesse. Resinas epóxi em geral apresentam alta resistência térmica e química e são empregadas nas mais diversas áreas, desde revestimentos, e matrizes de compósitos até colas de alta performance compatíveis com os mais diversos substratos.



*Figura I-10: Estrutura de um grupo epóxi. (EPOXY RESIN, 2019)*

A maioria dos monômeros de resinas epóxi são produzidos a partir da reação de grupos de ácidos hidroxílicos e epicloridrinás em uma reação de adição seguida por uma reação de desidrohalogenação (Figura I-11).



*Figura I-11: Reação de desidrohalogenação de ácidos hidroxílicos e epicloridrinás. (EPOXY RESIN, 2019)*

Esses monômeros resultantes são utilizados na criação de resinas epóxi com base em glicidil e são amplamente utilizados em aplicações comerciais. De suas características pode-se destacar a alta reatividade dos componentes durante a polimerização e a alta temperatura de transição vítrea (Tg) da resina final (CO., 2019).

O tipo mais comum de resina epóxi comercial é baseado na reação entre epicloridrina e bisfenol A, tendo como resultado um éter diglicidílico de bisfenol A de baixo peso molecular, resina comumente denominada BADGE (ELLIS, 1993).

Sua formação se dá em uma reação de dois estágios. No primeiro, epicloridrina é adicionada ao Bisfenol A, seguido de uma reação de condensação com hidróxido de sódio. O átomo de cloro e hidrogênio são liberados como cloreto de sódio e água respectivamente. O resultado é uma cadeia de Bisfenol A diglicidílico éter (Figura I-12) (ELLIS, 1993).

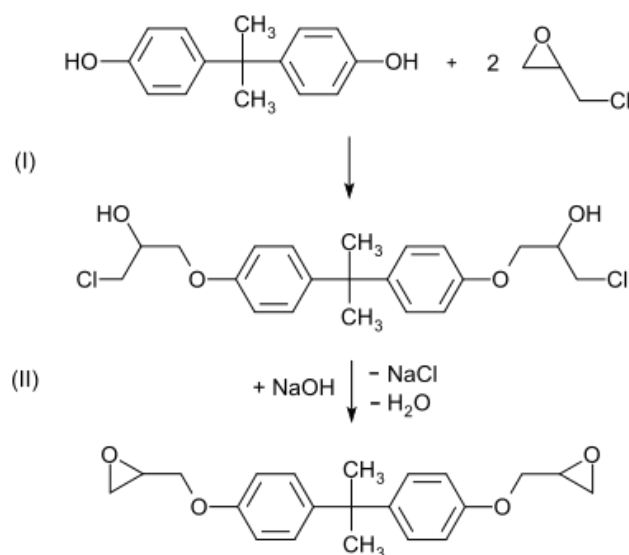


Figura I-12: Reação de duas etapas para formação de BADGE (EPOXY RESIN, 2019).

Posteriormente esse éter diglicidílico de Bisfenol A pode ser reagido com outras cadeias de Bisfenol A, em uma reação denominada pré-polimerização resultando em cadeias maiores, em uma resina termofixa de maior peso molecular no fenômeno denominado cura. Durante a cura, uma complexa cadeia tridimensional rígida se forma em estágios distintos.

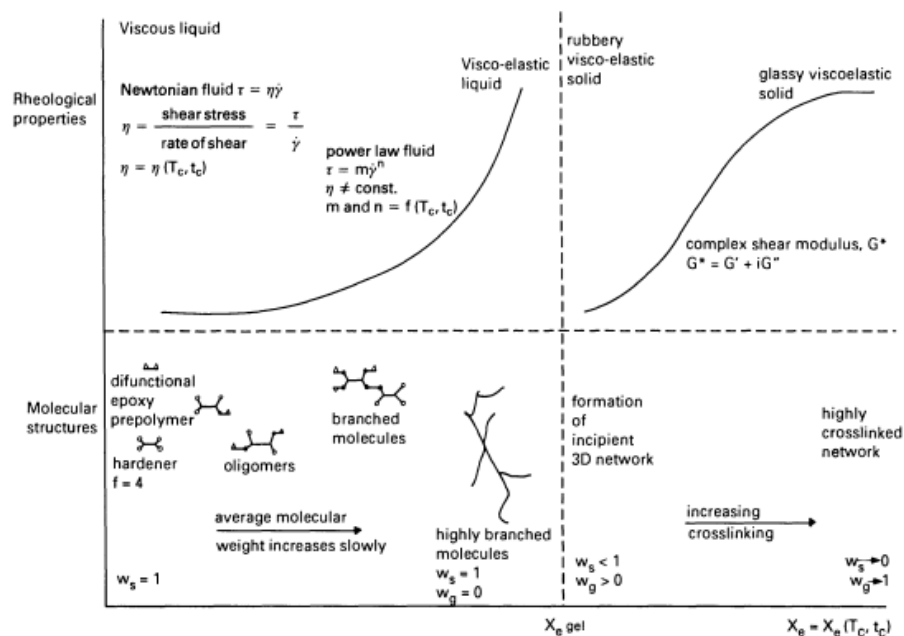


Figura I-13: Propriedades reológicas e estruturais de uma resina epóxi ao longo da cura (ELLIS, 1993).

Conforme as moléculas grandes são formadas durante o processo de cura, mais e mais estruturas ramificadas entre as cadeias se formam (Figura I-13). O ponto crítico é a gelificação, em que as estruturas ramificadas se estendem por todo o material. Após esse ponto, o material não é mais solúvel e pode ser entendido como uma solução sol-gel. Em ordem de se obter um material rígido e integro, o processo de cura deve continuar para que a fração de sol seja convertida para praticamente zero. A taxa de conversão durante polimerização ( $X_c$ ) pode ser calculada pela Equação 1:

$$X_c = \frac{E_0 - E(t_c)}{E_0} \quad (1)$$

onde  $E_0$  é a concentração inicial de grupos epóxi,  $E(t_c)$  é sua concentração no tempo  $t_c$  (ELLIS, 1993).

Durante a cura, a massa molecular do polímero aumenta e, como consequência das ligações cruzadas, sua densidade também aumenta, provocando seu encolhimento. Esse encolhimento, quando restringido, pode resultar no tensionamento do material e do substrato. Na restrição do encolhimento em um plano único (2D) e para o volume (3D), desconsiderando quaisquer escoamentos e fenômenos de alívio de tensão, a tensão no material pode ser estimada por (R. PHEPYS, 1992):

$$\sigma_{2D} = \frac{\beta(t,T).E(t,T)}{(1-\nu)} \quad (2) \quad \text{e} \quad \sigma_{3D} = \frac{\beta(t,T).E(t,T)}{(1-2.\nu)} \quad (3)$$

onde  $\sigma_{2D}$  e  $\sigma_{3D}$  são as tensões com restrição de encolhimento 2D e 3D, respectivamente,  $E(t,T)$  o é o modo elástico em função do tempo  $t$  e da temperatura  $T$ ,  $\nu$  é o coeficiente de Poisson, e  $\beta$  é o encolhimento do material em função do tempo  $t$  e da temperatura  $T$ . Essas tensões são transmitidas para o material como cisalhamento e são responsáveis por sua deformação. Encolhimentos ( $\beta$ ) entre 1 e 4% em comprimento são comuns em resinas epóxi (R. PHEPYS, 1992).

### Expansão térmica e ligas Invar (Ferro Níquel)

O coeficiente térmico linear  $\alpha$  de um material (CTE) é definido pela variação em comprimento em uma dada direção para uma variação de temperatura pela equação:

$$\alpha = \frac{l_f - l_0}{l_0 \cdot (T_f - T_0)} \quad (4)$$

onde  $l$  e  $l_0$  são o comprimento no instante da medida e o comprimento inicial do material, respectivamente, e  $T$  e  $T_0$  são as temperaturas na medida inicial e final, respectivamente. Como em geral  $\alpha$  não é linear, apresentando dependência da temperatura, a equação acima deve ser analisada em variações pequenas de temperatura e comprimento, resultando na derivação (CALISTER, 2016):

$$\alpha = \frac{dl}{l_0 \cdot dT} \quad (5)$$

A unidade do CTE  $\alpha$  é expressa por  $a/(\text{unidade de temperatura})$  onde  $a$  é um número adimensional e a unidade de temperatura no Sistema Internacional é Kelvin (K). A fim de maior praticidade, usualmente esse coeficiente também é expresso em  $(\mu\text{m/m})/\text{K}$ , indicando que dada uma variação de 1K, o material varia uma certa quantidade em micrometros para cada metro.

O mesmo equacionamento acima pode ser expandido para unidades de volume, de forma que o coeficiente de expansão térmica volumétrica  $\alpha_v$  é dado por:

$$\alpha_v = \frac{V_f - V_0}{V_0 \cdot (T_f - T_0)} \quad (6) \quad \text{ou} \quad \alpha_v = \frac{dV}{V_0 \cdot dT} \quad (7)$$

Para a maioria dos materiais,  $\alpha_v$  é anisotrópico, ou seja, depende da direção cristalográfica na qual é medido (CALISTER, 2016). Para materiais isotrópicos, ou seja, em que o valor de  $\alpha_v$  independe da direção medida, temos:

$$\alpha_v = 3 \cdot \alpha_l \quad (8)$$

Do ponto de vista atômico, a expansão térmica pode ser vista como o aumento do espaçamento entre os átomos. Isso é, para a maioria dos materiais, explicado com a análise do gráfico da Figura I-14, onde a energia potencial é explícita em relação ao espaçamento interatômico. Partindo do mínimo no equilíbrio em 0K, o aquecimento sucessivo de T1, T2... T4 resulta no aumento da energia vibracional de E1 a E5, com consequente aumento do

espaçamento  $r_1$  a  $r_5$ . Essa expansão é decorrente da assimetria da curva de energia potencial (CALISTER, 2016).

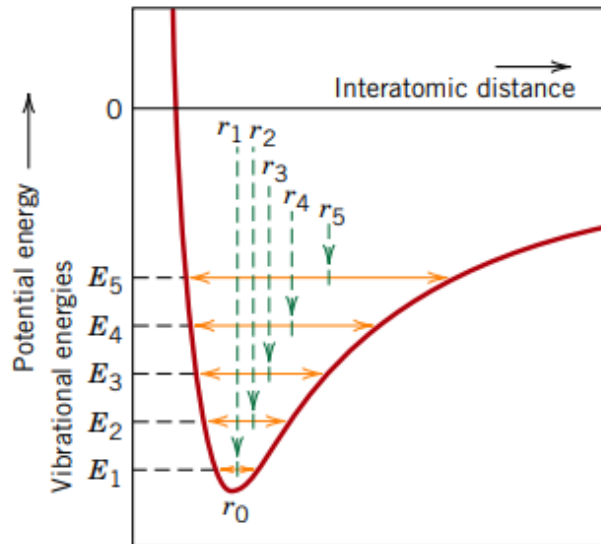


Figura I-14: Curva de energia potencial por distância interatômica (CALISTER, 2016).

Para cada classe de material, quanto maior a energia da ligação atômica, mais estreita é a curva de potencial versus distância, o que implica em um menor coeficiente de expansão térmica. Isso é visualizável comparando os coeficientes térmicos comumente encontrados para diferentes materiais, tendo (CALISTER, 2016):

- Metais: Entre 5 e 25 ( $\mu\text{m/m}$ )/K;
- Cerâmicas: Entre 0.5 e 15 ( $\mu\text{m/m}$ )/K;
- Polímeros: Entre 50 e 400 ( $\mu\text{m/m}$ )/K.

Valores baixos de poucos  $\mu\text{m/m/K}$  são comuns em cerâmicos e materiais com essas propriedades são amplamente utilizados onde a variação dimensional com a variação de temperatura é crítica. Porém, cerâmicas são em geral frágeis e com processamento custoso. Ligas metálicas que possuem baixo CTE se tornam imediatamente importantes.

Conhecidas comumente pelo nome comercial de Invar, variações de soluções sólidas de fase única de Ferro e Níquel são ligas notáveis por possuírem baixo coeficiente térmico linear (CTE) quando comparadas a outros metais em certas faixas de temperatura. Desenvolvida em 1896 pelo físico suíço Charles Édouard Guillaume a liga, além de garantir ao seu inventor o

prêmio Nobel de física em 1920, revolucionou a indústria de instrumentação científica (CALISTER, 2016).

Originalmente, a liga apresenta composição de 64% Fe – 36% Ni em peso e possui CTE próximo a  $1,6 \text{ (}\mu\text{m/m)/K}$  entre a temperatura ambiente e aproximadamente  $230^{\circ}\text{C}$  no denominado Invar 36. Porém, essa característica da liga Invar frente aos outros metais não pode ser explicada por uma possível simetria da curva de energia potencial por espaçamento atômico como discutido anteriormente, mas sim por suas propriedades magnéticas.

Ambos o ferro e o níquel são materiais ferromagnéticos, ou seja, materiais que podem ser transformados em ímãs permanentes até a temperatura de Curie específica de cada um. Durante o aquecimento, a tendência de expansão da liga é compensada por um fenômeno de contração relacionado ao ferromagnetismo denominado magnetostrição. Acima da temperatura de Curie, de aproximadamente  $230^{\circ}\text{C}$  para a liga, o Invar expande normalmente e com CTE muito maior (CALISTER, 2016).

Essa propriedade de baixo CTE é influenciada pelo tratamento térmico dado a liga. Valores baixos são obtidos a partir do material temperado a cerca de  $800^{\circ}\text{C}$  e posteriormente conformados a frio em processos como forjamento. Recozimento resulta em um material com CTE maior (CALISTER, 2016).

Outras ligas de Fe-Ni possuindo CTE maior que o do Invar 36 são comumente encontradas e são normatizadas pela ASTM B753. Suas composições são dadas na Tabela 1.

*Tabela 1: Coeficiente de expansão térmica linear  $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$  para diferentes ligas de invar de 25°C até a temperatura indicada de acordo com a norma ASTM B753 (ASTM, 2018).*

Liga	93°C	149°C	260°C	371°C	Recozimento (°C)
T-10	27,18	27,72 ( $\pm 4\%$ )	15,6	16,6	788
T-20	19,62	19,98 ( $\pm 1 - 4\%$ )	11,4	11,5	871
T-22	19,26	19,35 ( $\pm 4,5\%$ )	10,9	10,9	871
T-18	18	18 ( $\pm 4\%$ )	10,2	10,4	1093
T-19	19,98	19,44 ( $\pm 4\%$ )	11,2	11,2	1038
T-14	17,64	18,72 ( $\pm 4\%$ )	10,7	10,9	1093
T-25	17,64	17,64 ( $\pm 4\%$ )	10	10,1	982
T-50	10,26	10,08 ( $\pm 8\%$ )	5,7	5,6	871
T-45	7,92	7,74 ( $\pm 8\%$ )	4,1	4	871
T-42	5,58	5,4 ( $\pm 8\%$ )	2,9	3	871
T-40	3,6	3,96 ( $\pm 8\%$ )	2,2	3	871
T-39	2,34 a 3,42	2,52 a 3,6	1,5–2,0	2,8–3,3	871
T-36	0,9 a 1,98	1,44 a 2,52	2,0–2,7	3,7–4,4	871
T-99	13,32	13,5 ( $\pm 4\%$ )	7,8	8,2	704

Outros exemplos de ligas com baixo coeficiente de expansão térmica são o Super Invar e o Kovar. Para o primeiro, como o nome indica, o CTE é extremamente baixo em cerca de 0,6 ( $\mu\text{m}/\text{m})/\text{K}$  e possui uma pequena quantidade de cobalto (5% em massa). Já o Kovar é projetado para ter expansão térmica similar ao vidro borossilicato e possui uma maior introdução de

cobalto em cerca de 17% em massa. Essa liga é extremamente importante para a fabricação de junções vidro-metal (CALISTER, 2016).

### **Resposta em frequência e Análise Modal**

Diferentemente de microscópios comuns, sejam ópticos ou eletrônicos, os microscópios de raios X nas linhas de luz do Sirius são rigidamente acoplados ao piso. Isso se deve ao fato de que nos primeiros a fonte de fótons ou elétrons se encontra na mesma estrutura que o ambiente de amostra e detectores. Dessa forma, esses sistemas podem ser isolados de vibrações vindas do solo através de pés de ar, pés de borracha ou piso especial, ainda garantindo que a fonte e a amostra se movimentam em conjunto. Por outro lado, no Sirius a fonte de fótons se encontra a dezenas ou – em alguns casos, como na Carnaúba – a centenas de metros de onde os experimentos são realizados (estações experimentais). Dessa forma, todos os sistemas devem se movimentar junto para garantir que os fótons sempre incidam na mesma posição dos elementos ópticos e da amostra, seja decorrente de variação térmica do piso ou com vibrações de baixa frequência que percorrem o prédio. Assim, adota-se que o referencial é o piso e todos os sistemas são acoplados nele.

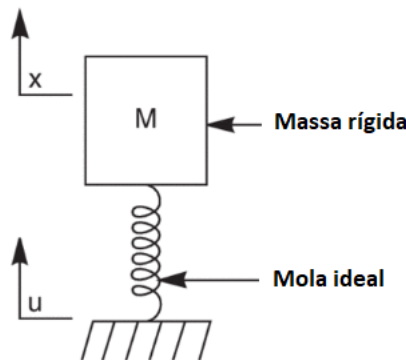
De certa forma, todo sistema pode ser pensado como um sistema massa mola, onde a rigidez da mola é a rigidez do acoplamento entre um corpo e outro. Diferentes formas de fixação e diferentes materiais resultam em diferentes valores de rigidez. Porém, determinar esses valores não é sempre trivial ou preciso analiticamente, e diversas técnicas experimentais podem ser utilizadas, como será mostrado na secção III. Materiais e Métodos – Análise em frequência.

Dois corpos são considerados acoplados quando se movimentam em fase para uma dada frequência. Quando esses corpos deixam de se movimentar em fase, dizemos que ocorreu o desacoplamento. De forma geral, esse desacoplamento pode ser visto como a frequência na qual o sistema massa-mola oscila com defasagem e isso ocorre quando a frequência de ressonância de um dos corpos é atingida para dada rigidez de acoplamento. Em um sistema de uma única massa, sendo K a rigidez do acoplamento em N/m e M a massa de um corpo em kg, sua frequência W de ressonância é dada, em hertz (Hz) por:

$$W = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{K}{M}} \quad (8)$$

Vale destacar que a equação de frequência de ressonância acima é para o caso simplificado de uma oscilação translacional onde uma única rigidez é levada em conta, mas é a base para a descrição de qualquer sistema complexo com N corpos e diferentes graus de

liberdade. O sistema massa-mola simplificado (sem amortecimento) é apresentado na Figura I-16.



*Figura I-15: Sistema massa-mola simples. Adaptado de: (NEWPORT)*

Para esse sistema, sendo  $X$  a posição da massa oscilante, a derivada segunda da posição (aceleração  $m/s^2$ ) e  $U$  a posição (m) inicial da mola o equilíbrio dinâmico é dado pela somatória das forças sendo igual a zero e é (NEWPORT):

$$M \cdot \ddot{X} + K \cdot (X - u) = 0 \quad (9)$$

Essa é a equação diferencial de segunda ordem que descreve o movimento harmônico simples. Como não estão incluídas forças dissipativas, ele oscila indefinidamente. A energia máxima é a energia potencial  $U$  (J) armazenada nesse sistema na posição mais afastada  $X$ , descrita por (LIBRETEXTS):

$$U = \frac{1}{2} \cdot K \cdot X^2 \quad (10)$$

Logo, para um sistema com energia  $U$ , sua amplitude de oscilação  $X$  é menor quanto maior o valor da rigidez  $K$ . Essa proporção é quadrática e justifica a importância de sistemas serem rigidamente acoplados de forma que seu desacoplamento seja em frequências altas, onde o movimento possui amplitudes mais baixas para um mesmo valor de energia se comparado com frequências menores.

Forças dissipativas são aquelas que removem energia do sistema permanentemente. Exemplos são forças de atrito, resistência do ar ou líquidos, ondas sonoras, deformação plástica e viscosa entre outros. A Figura I-17 apresenta a representação de um elemento dissipativo paralelo à mola [16].

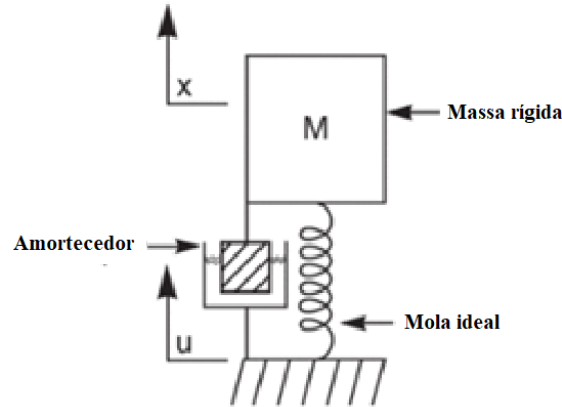


Figura I-16: Sistema massa-mola-amortecedor simples. Adaptado de: (CHU)

Denominando uma força dissipativa genérica por  $b$  dependente da velocidade da massa temos a nova equação de movimento (NEWPORT):

$$M \cdot \ddot{X} + \dot{X} \cdot b + K \cdot (X - u) = 0 \quad (11)$$

Agora adicionamos uma força dependente do tempo  $F(t)$  que entra positivamente no sistema e por fim temos a equação (NEWPORT):

$$M \cdot \ddot{X} + \dot{X} \cdot b + K \cdot (X - u) = F(t) \quad (12)$$

Dividindo todos os termos pela massa e adotando o referencial  $u = 0$ :

$$\ddot{X} + \frac{b}{m} \cdot \dot{X} + \frac{k}{m} \cdot X = \frac{F(t)}{m} \quad (13)$$

A forma como um sistema responde a uma entrada externa pode ser expressa através de uma função transferência  $H$ , onde basicamente (JPE):

$$H = \frac{\text{Saída}}{\text{Entrada}} \quad (14)$$

Podemos assim correlacionar forças que entram em um sistema com seu deslocamento, velocidade e aceleração. A função transferência pode ser expressa tanto no domínio do tempo  $H(t)$  ou da frequência através da razão da transformada de Laplace dos sinais de entrada e saída  $H(s)$ . Como estamos interessados no domínio da frequência, aplicamos a transformada de Laplace em ambos os lados da equação do movimento harmônico. A transformada é definida por (CHU):

Seja  $f(t)$  uma função definida nos reais não negativos. Quando a integral:

$$\mathcal{L}\{f(t)\} = \int_0^{\infty} f(t) e^{-st} dt$$

for convergente, ela será chamada de transformada de Laplace da função  $f(t)$  (GUIDORIZZI, 2002).

Para uma dada função contínua e diferenciável  $F(t)$ , as seguintes propriedades da transformação de Laplace se aplicam:

- I.  $\mathcal{L}[f(t)] = F(s)$
- II.  $\mathcal{L}[f'(t)] = s.F(s) - f(0)$
- III.  $\mathcal{L}[f''(t)] = s^2.F(s) - sf(0) - f'(0)$

Aplicando então a transformada para cada termo da equação do movimento (X-ENGINEER):

$$\begin{aligned}\mathcal{L}\left[\frac{d^2x(t)}{dt^2}\right] &= s^2X(s) - sx(0) - \frac{dx(0)}{dt} \\ \mathcal{L}\left[\frac{dx(t)}{dt}\right] &= sX(s) - x(0) \\ \mathcal{L}[x(t)] &= X(s) \\ \mathcal{L}[F(t)] &= F(s)\end{aligned}$$

Adotando as condições iniciais de posição e velocidade da massa sendo:

$$\begin{aligned}x(0) &= 0 \\ \frac{dx(0)}{dt} &= 0\end{aligned}$$

Substituindo, temos:

$$F(s) = m.s^2.X(s) + b.s.X(s) + kX(s)$$

Sendo então a função de transferência  $H(s)$  a razão entre posição e força:

$$H(s) = \frac{X(s)}{F(s)} \quad (15)$$

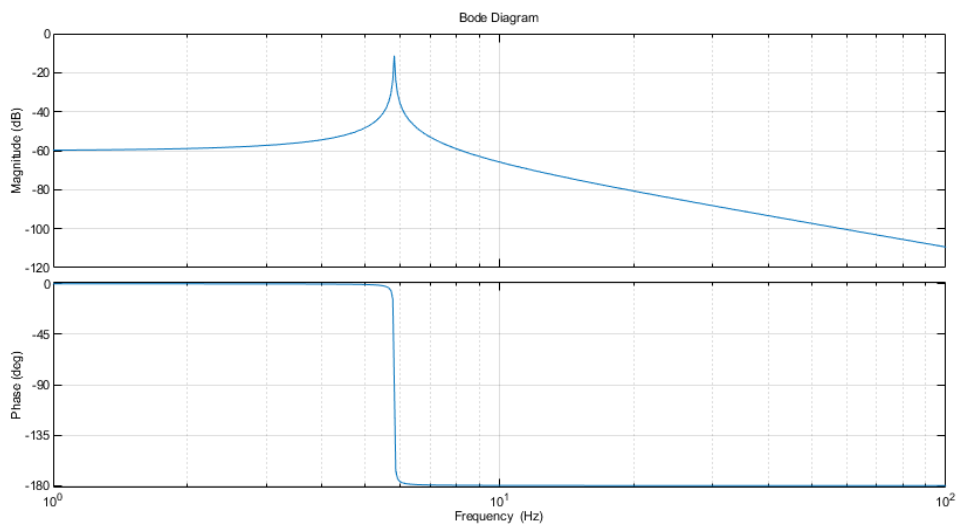
Finalmente a função transferência de um sistema massa-mola-amortecedor é dada:

$$H(s) = \frac{X(s)}{F(s)} = \frac{1}{m.s^2 + b.s + k} \quad (16)$$

E essa é a função transferência do sistema e descreve o comportamento da massa/mola/amortecedor no domínio da frequência (STEINWEG). Com transformações do tipo podemos descrever o sistema em softwares como o Matlab, podendo criar gráficos da resposta em relação a frequência, por exemplo. Um exemplo desse gráfico é o gráfico de Bode, onde a magnitude do sinal (amplitude de movimento, por exemplo) e a fase são plotadas em função da frequência separadamente. Por definição, o Bode da magnitude é o gráfico de  $|H(s = j.w)|$  para a frequência  $w$ , sendo  $j$  uma unidade imaginária e o Bode da fase é  $\arg(H(s = j.w))$ . Um exemplo de Bode de um sistema massa-mola-amortecedor obtido com o Matlab é apresentado na Figura I-17. Os passos para o mesmo serão omitidos por não serem foco do trabalho.

Parâmetros:

- Massa:  $m = 0,75\text{Kg}$ ;
- Rigidez da mola:  $k = 1000\text{ N/m}$ ;
- Amortecimento:  $b = 0,1\text{ N.s/m}$ .



*Figura I-17: Gráfico de Bode de um sistema massa-mola-amortecedor simples [Fonte: autor].*

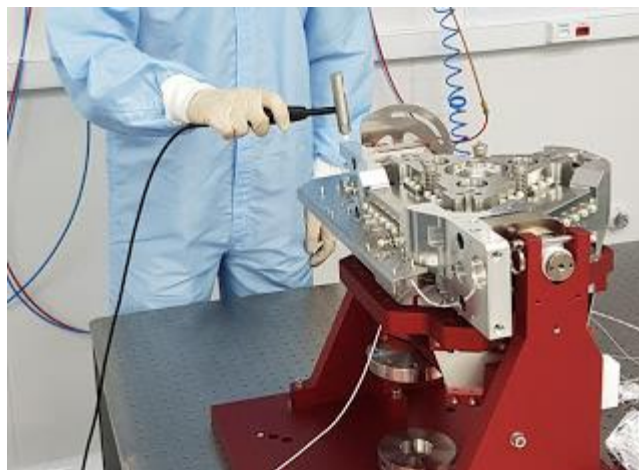
No gráfico da Figura I-17 observamos o pico de magnitude em 5,81Hz, de fato, desconsiderando efeitos de amortecimento, a frequência de ressonância  $W$ :

$$W = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{K}{M}} = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{1000}{0,75}} = 5.81Hz \quad (17)$$

E nessa frequência observamos a mudança de  $-180^\circ$  no Bode de fase como esperado.

Como estimar a rigidez de acoplamento entre corpos em montagens mecânicas nem sempre é uma tarefa trivial, diversos métodos experimentais surgem para a obtenção do gráfico de Bode a fim de se entenderem as frequências naturais do sistema.

Uma técnica rápida e que resulta em bons resultados é a Análise Modal que pode ser realizada, por exemplo, com um martelo de impacto, como fonte de excitação, e um acelerômetro, como sensor. Nessa técnica, um martelo equipado com uma célula de carga é utilizado para conferir um impulso no sistema com uma força medida temporalmente (Figura I-18). O deslocamento, velocidade ou aceleração são então determinados com o acelerômetro. Ambos os sinais são levados ao domínio da frequência por meio de métodos computacionais (transformada rápida de Fourier FFT, por exemplo) e sua razão resulta na função de resposta em frequência do sistema, podendo ser plotada como um Bode.



*Figura I-18: Operador impactando martelo a um sistema mecânico para análise modal [Fonte: autor].*

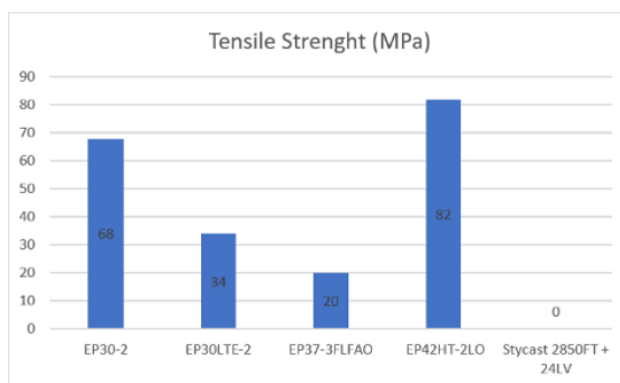
## II. Objetivos

Determinar a viabilidade do uso de fixação por colagem para montagem de espelhos KB em linha de luz de nanofoco de raios X (Carnaúba) da fonte Sirius do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) através da análise da resina epóxi de cura em temperatura ambiente MasterBond 42HT-2LO no que se diz respeito a sua estabilidade mecânica, performance em vácuo, magnitude das deformações induzidas pelo encolhimento durante a cura e rigidez da união. Determinar o método de colagem para obtenção de camada homogênea de 50 microns de espessura. Validar simulações dos espelhos com base em elementos finitos pelo software ANSYS com dados experimentais para análise de sua influência na qualidade do foco final, estimada pelo software SRW. Desenvolver liga ferro-níquel Invar com coeficiente de expansão térmica linear similar ao do silício para manufatura das bases dos espelhos.

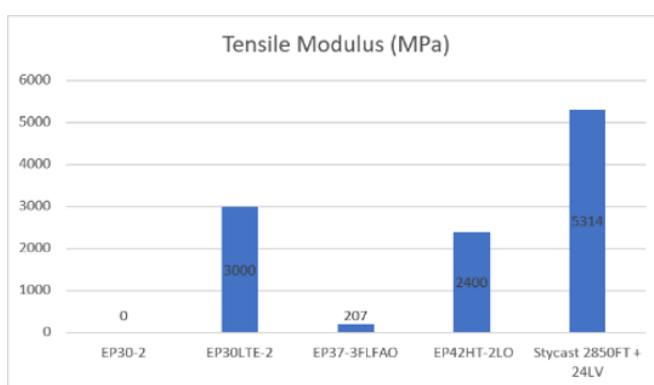
### III. Materiais e Métodos

#### MasterBond 42HT-2LO

Um total de quatro adesivos epóxi da marca MasterBond (EP30-2, EP30LTE-2, EP42HT-2LO) e um da marca LOCTITE (Stycast 2850FT + 24LV) foram adquiridos e testados até a escolha final do uso do modelo 42HT-2LO. A pré-seleção dos adesivos se deu pela escolha de materiais compatíveis com a norma ASTM E595 que especifica materiais para uso em ambiente de vácuo, sendo permitida volatilização máxima do mesmo inferior a 0,1% e condensação de voláteis inferior a 0,01% em massa. Dentre os materiais previamente selecionados, a resina 42HT-2LO é a que possui melhor balanço entre tempo de utilização e rigidez, além de ser a que possui maior limite de resistência a tração (Figura III-1 e Figura III-2).



*Figura III-1: Limite de resistência a tração para as resinas previamente selecionadas. Destaca-se que não há dados para a resina Stycast [Fonte: autor].*



*Figura III-2: Modulo elástico para as resinas previamente selecionadas. Não há dados para a resina MasterBond EP30-2 [Fonte: autor].*

Em termos práticos, deseja-se a resina que possua maior tempo de trabalho a fim de se evitar que ela inicie o processo de cura durante a operação de preparo, que inclui a degasagem em vácuo, aplicação e alinhamento dos espelhos em suas bases. Dentre as adquiridas, a EP37-

3FLFAO possui o maior tempo (Figura III-3), mas seu módulo elástico extremamente baixo (207MPa) inviabiliza sua utilização para obtenção de uniões de alta rigidez ( $>10^8$  N/m) nas superfícies de área limitada dos sistemas em questão.

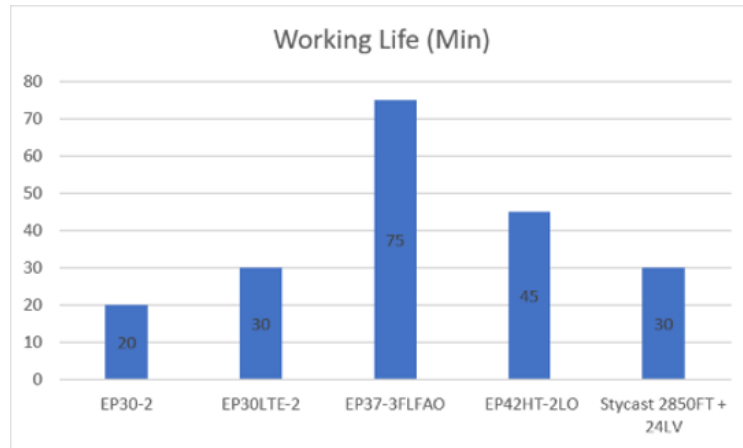


Figura III-3: Tempo de trabalho para as resinas previamente selecionadas [Fonte: autor].

Com as considerações anteriores, a escolha da resina 42HT-2LO (Figura III-4) para ser testada em todas as condições necessárias para a união por colagem dos espelhos KB foi realizada.



Figura III-4: Seringas com as partes A e B da cola MasterBond 42HT-2LO [Fonte: autor].

## Processo de colagem

Além de se validar o uso específico do adesivo MasterBond 42HT-2LO para fixação dos espelhos KB, validou-se o processo de preparo e aplicação do mesmo.

O adesivo em questão é uma resina de duas partes. Sua proporção de mistura em massa é de 100:40 (A:B). Uma balança *Urano 420* (Figura III-5) foi utilizada em todos os processos de preparo, garantindo resolução de 1mg. Microesferas de vidro de 50 micrometros de diâmetro foram incorporadas na proporção mássica de 1% em todos os casos.



*Figura III-5: Balança Urano 420 utilizada [Fonte: autor].*

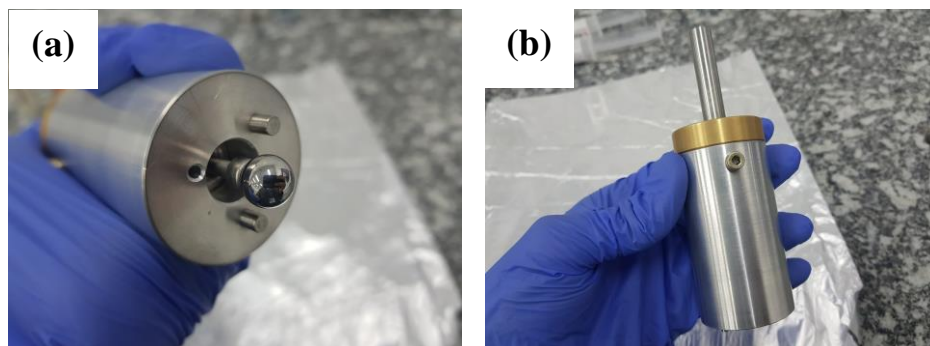
Todas as partes foram misturadas em béquer de 5ml de vidro borosilicato ou copos plásticos de 20ml de polipropileno. A mistura foi realizada manualmente por ao menos 3 minutos com uma colher de aço inox. Todas as amostras foram degasadas em câmara de vácuo ( $\sim 10^{-3}$  mbar) construída para esse trabalho (Figura III-6) com bomba mecânica por 3 minutos a fim de se remover bolhas de ar incorporadas durante a mistura. Todas as amostras foram limpas em banho ultrassônico em solução de IC-115 por ao menos 10 minutos, seguidas de água corrente e secas com isopropanol e jato de gás nitrogênio seco.



*Figura III-6: Sistema de vácuo construído para remoção de bolhas de ar das amostras de adesivo [Fonte: autor].*

As superfícies de colagem foram preparadas tanto por lixamento e/ou ataque químico com solução de ácido nítrico 20% em água (ensaios de adesão Invar-Silício) ou por jateamento de granalhas de vidro (ensaio de adesão Invar-Invar) e mais detalhes sobre os procedimentos utilizados serão abordados em suas respectivas seções.

Para o ensaio de adesão entre corpos de prova de liga Invar, um aplicador de cola foi construído (Figura III-7). Sua função é garantir repetibilidade e controle da quantidade de cola aplicada. Em seu funcionamento, uma esfera de aço de 10mm de diâmetro é molhada na resina em questão e, com o uso de pinos-guia para alinhamento, a esfera é forçada a tocar-se contra a superfície a ser colada e uma pequena quantidade de material é depositada. Essa esfera pode ser trocada por esferas de diferentes tamanhos para aplicação de diferentes quantidades de cola.



*Figura III-7: dispositivo de aplicação de cola. Molas são responsáveis por recolher a esfera (a) com resina para seu interior (b) antes do alinhamento e aplicação na superfície a ser colada [Fonte: autor].*

### Medição de rugosidade

A qualidade da adesão das resinas ao substrato depende de sua rugosidade. Em diferentes testes, essa medida foi tomada utilizando-se um rugosímetro digital Mitutoyo SJ-210 (Figura III-8) com *cut off* de 0.25mm.



*Figura III-8: Rugosímetro digital Mitutoyo SJ-210 [Fonte: Mitutoyo].*

### Adesão aos substratos

Adesivos com base em resinas epóxi aderem a substratos principalmente por meio de forças intermoleculares, em ligações de segunda ordem. Em geral, essa adesão é boa para substratos cerâmicos e metálicos, bem como certas classes de polímeros. Para a aplicação em questão da colagem de espelhos KB, o adesivo deve oferecer boa adesão tanto com a base de liga ferro-níquel Invar 37 quanto com a superfície dos espelhos de silício monocristalino.

Embora as solicitações nas quais as áreas coladas sejam mínimas (área colada em compressão, montagem estática, baixa carga térmica), o adesivo deve garantir união dos componentes suficientemente boa para possibilitar o manuseio dos sistemas durante a montagem e transporte. Com o intuito de se caracterizar a performance de adesão da resina MasterBond 42HT-2LO com os substratos, ensaios de tração uniaxial de corpos de prova foram realizados.

- Caracterização - Adesão em Silício e Invar

Devido à indisponibilidade da liga customizada de Invar no momento da caracterização da adesão, corpos de prova foram fabricados em Invar 39 da *Scientific Alloys* para mimetizar as bases dos espelhos. Sua geometria é prismática de secção quadrada de 4,5 x 4,5mm por 20mm de comprimento e foi fabricado por corte por eletroerosão. Cinco corpos de prova tiveram sua superfície a ser colada preparada por lixamento com lixas de carbeto de silício de

400, 600, 1200 e 2000 *mesh* sucessivamente. Três outros foram lixados como anteriormente e atacados por solução de ácido nítrico 20% em água por 60 segundos, tendo rugosidade média, partindo de 311 nm Ra, de 674 nm Ra. Outros tempos de ataque de 10 e 500 segundos foram testados em outros corpos de prova, tendo-se rugosidades médias de 270 e 1901nm Ra, respectivamente, mas não foram utilizados por apresentarem superfícies não aceitáveis, em função de redução da rugosidade no primeiro caso e formação de superfície heterogênea no segundo devido a corrosão excessiva.

Para simulação da superfície dos espelhos, corpos de prova de silício foram obtidos a partir de retalhos de usinagem. A rugosidade de um dos espelhos KB da linha de luz Carnaúba (VFM Tarumã) foi medida (Figura III-9) em um total de 5 pontos, tendo valor médio de 260,4nm Ra e desvio de 22nm e serviu de referência para preparo dos corpos de prova.



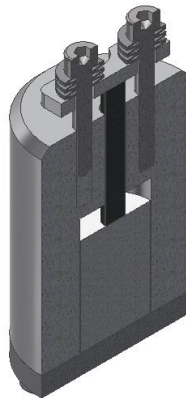
Figura III-9: Medição de rugosidade do espelho KB VFM Tarumã [Fonte: autor].

Os corpos de prova de silício foram colados em bases intermediárias de aço inox 304 com adesivo epóxi Araldite Profissional. As superfícies dos mesmos foram lixadas com lixas de carbeto de silício de 400, 600, 1200 e 2000 *mesh* sucessivamente em uma politriz semiautomática. As rugosidades médias obtidas no processo foram determinadas com um rugosímetro digital Mitutoyo SJ-210 com *cut off* de 0,25mm entre 173 e 248 nm Ra.

Os corpos de prova de Invar 39 foram colados nas superfícies de silício com a resina MasterBond 42HT-2LO e esferas de vidro de 50 micrometros de acordo com o procedimento de colagem já apresentado (Figura III-10). Um sistema de pré-carga com molas (Figura III-11) foi responsável por garantir o alinhamento (concentricidade e perpendicularidade) e carregamento de 0,3 MPa, simulando a pressão exercida pelo peso do espelho VFM Tarumã (Figura III-11).

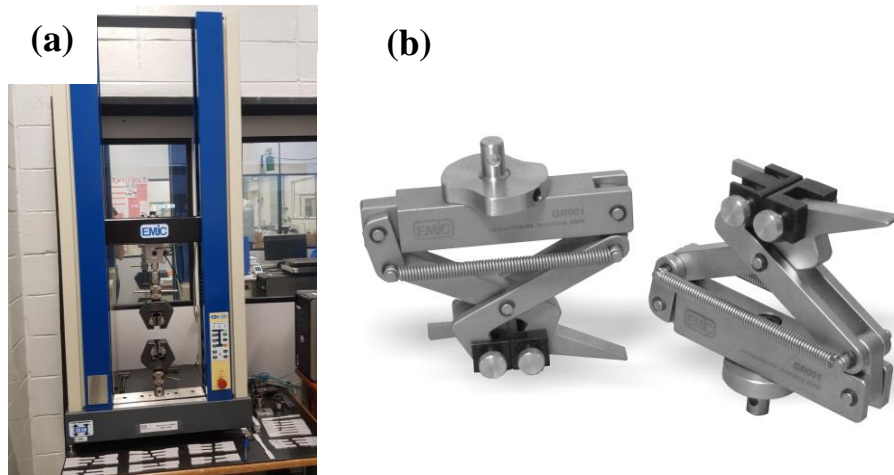


*Figura III-10: Pinos de Invar colados em retalhos de silício [Fonte: autor].*



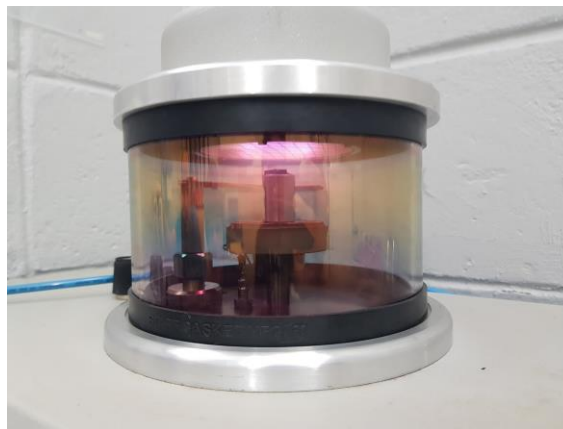
*Figura III-11: Sistema de alinhamento e pré-carga para colagem dos corpos de prova [Fonte: autor].*

Os ensaios de tração foram realizados em no mínimo uma semana após a colagem dos corpos de prova. O equipamento utilizado foi a máquina de tração universal EMIC 30KN da Instron com uma célula de carga de 500kN modelo CCE5KN e garra GR001 (Figura III-12). A velocidade de ensaio foi de 1mm/minuto com amostragem em 2Hz. Os dados foram tratados com o software Matlab R2019a para obtenção das curvas tensão versus deformação.



*Figura III-12: Máquina de ensaio de tração Instron EMIC 30KN (a) e garras GR001 (b) [Fonte: autor, INSTRON].*

Um dos corpos de prova de silício foi analisado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no grupo de Materiais (MAT) do LNLS com o intuito de se estudar a superfície de fratura e a interação das esferas de vidro com a matriz epóxi. Para uso da técnica, a amostra foi recoberta em ouro em um equipamento de *sputtering* (Figura III-13).

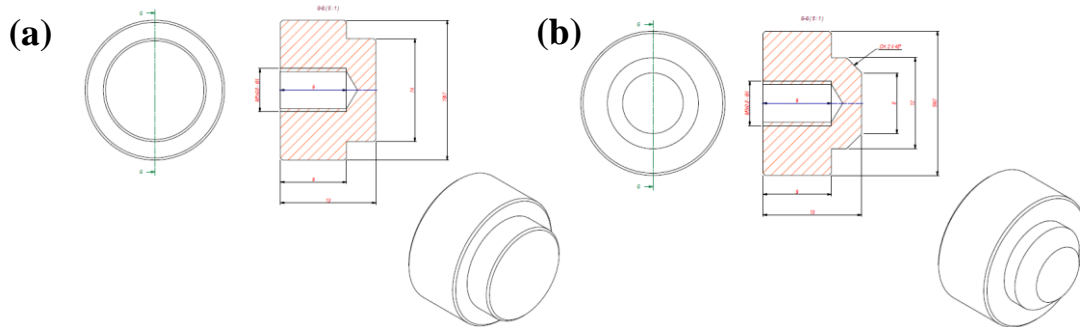


*Figura III-13: dispositivo para preparo de amostras de MEV - deposição de ouro [Fonte: autor].*

- Caracterização - Adesão Invar - Invar com tratamento de superfície final

Como será apresentado na secção IV – Definição da camada de cola, a geometria final da superfície colada nos espelhos possui 8mm de diâmetro. Em ensaios de tração preliminares, verificou-se que a adesão limitante da montagem por colagem é dada entre a superfície de Invar e a resina. Com o intuito de se aumentar sua rugosidade e consequentemente aumentar a adesão do epóxi, uma nova estratégia frente as apresentadas no ensaio de tração Invar-Silício foi adotada onde tais superfícies serão jateadas com granalhas de vidro de aproximadamente

0,3mm de diâmetro. Destaca-se que idealmente aumentar a rugosidade da superfície de silício a ser colada poderia levar ao aumento da adesão da resina ao mesmo, mas devido a sensibilidade dos espelhos essa opção foi descartada por segurança.



*Figura III-14: Geometrias dos corpos de prova para colagem Invar-Invar [Fonte: autor].*

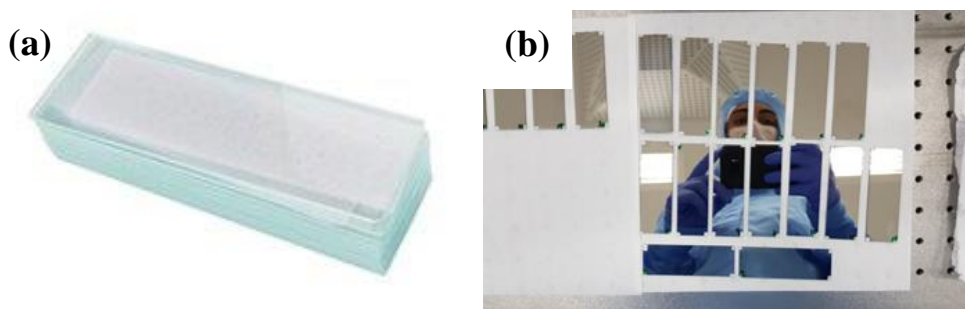
Os corpos de prova foram colados com a resina MasterBond 42HT-2LO (Figura III-14). O aplicador de cola aqui desenvolvido foi utilizado para a aplicação procedural e precisa. Uma pré carga de mínima de 0,1 MPa foi aplicada com o mesmo sistema de alinhamento e compressão por molas apresentado anteriormente. Quatro conjuntos foram colados (Figura III-15), sendo que três foram utilizados no ensaio de tração e um foi embutido em resina poliéster 15 minutos e cortado com uma máquina Isomet para microscopia óptica.



*Figura III-15: Pinos de Invar 39 colados para ensaio de adesão Invar-Invar [Fonte: autor].*

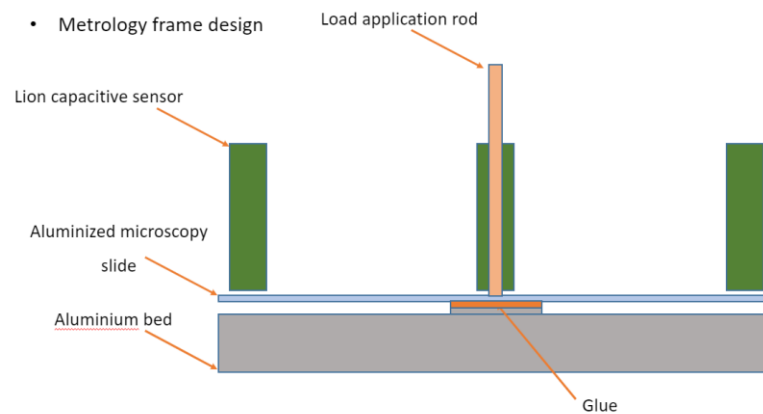
### Tensões residuais

Para a qualificação da estabilidade dimensional durante a cura da resina, seu encolhimento foi medido em uma plataforma de testes customizadas através da medida de deformações de lâminas de vidro Perfecta lapidadas de 25.4 x 76.2mm de largura e  $1 \pm 0.1$ mm de espessura. Uma de suas superfícies metalizadas por deposição de alumínio com aproximadamente 2 micrômetros com sistema de *RF Sputtering* (Figura III-16) colada em uma base rígida foi medida com sensores capacitivos ao longo do tempo, mimetizando um pequeno espelho, de modo a produzir deformações em escala superior (micrometros contra nanômetros) se comparadas com a aplicação final nos espelhos KB.

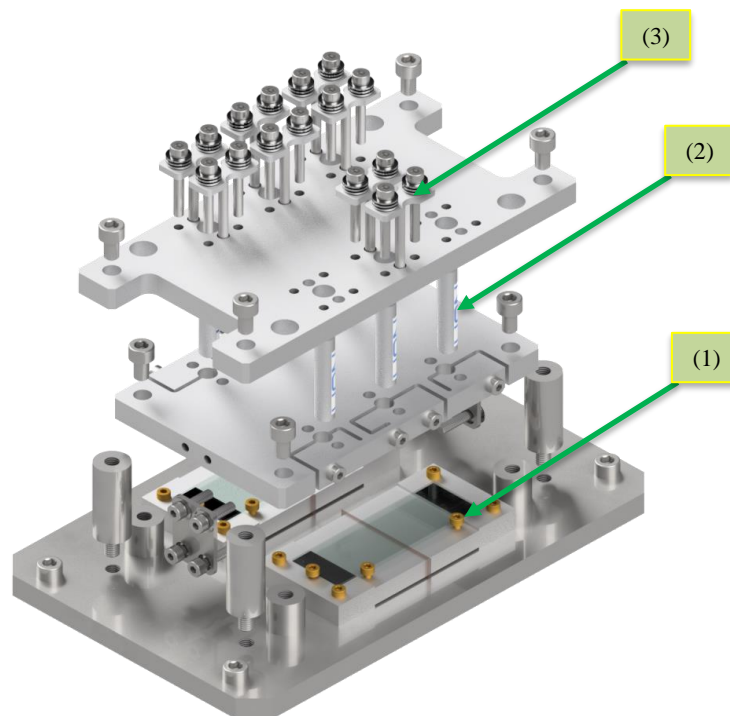


*Figura III-16: Lâminas de microscopia Perfecta em estado natural (a) e lâminas após deposição de alumínio por Sputtering (b) [Fonte: autor].*

Suas extremidades foram deixadas livres e seu deslocamento foi medido utilizando-se sensores capacitivos da *Lion Precision* (Figura III-17) para estimativa das tensões residuais na cola por comparação com simulações. Uma pré-carga constante foi aplicada por um sistema de molas. A altura da camada é definida por esferas de vidro de 50 micrometros de diâmetro (1% em massa).



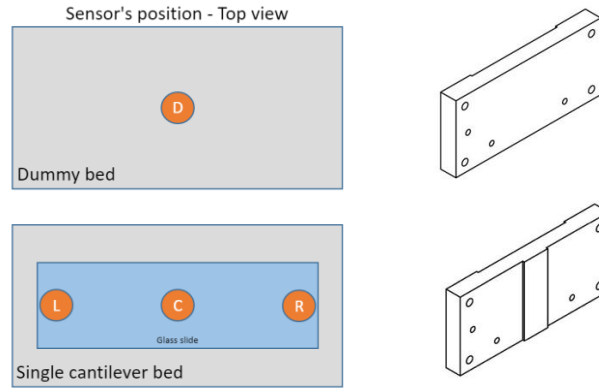
*Figura III-17: Esquema de funcionamento de sistema de medição de deformações induzidas por tensões residuais em lâminas de vidro [Fonte: autor].*



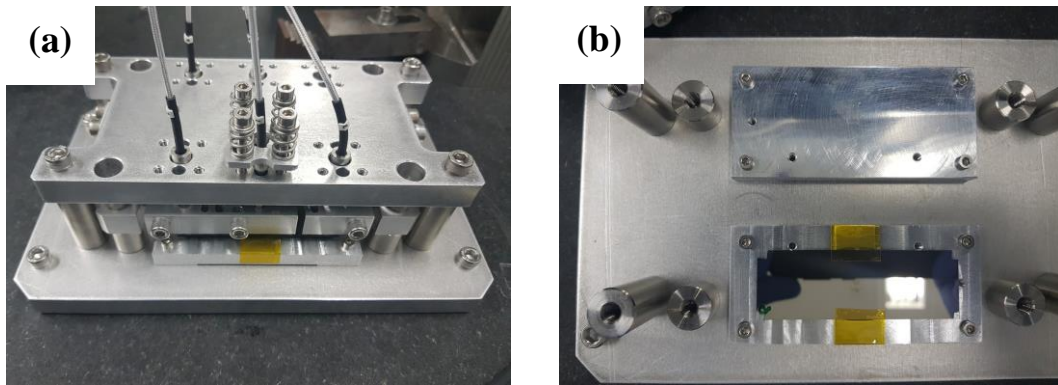
*Figura III-18: Vista explodida do sistema desenvolvido para medição de deformações induzidas pelas tensões residuais em lâminas de vidro (1) com o uso de sensores capacitivos (2) e pré carregamento (3) [Fonte: autor].*

O sistema foi desenvolvido para ter simetria lateral (Figura III-18), de forma que possíveis variações térmicas do ambiente resultassem em mesmo deslocamento vertical de ambos os lados da montagem. Assim, um sensor capacitivo compartilhando a mesma estrutura

dos demais, mas medindo uma base de referência foi utilizado para calibração da altura em relação a base onde a lâmina foi colada durante o teste (Figura III-19 e Figura III-20).



*Figura III-19: Posição dos sensores capacitivos em relação a lâmina de vidro colada e a base de referência para compensação de variação térmica e geometria das respectivas bases [Fonte: autor].*



*Figura III-20: : Base de testes montada com os sensores capacitivos (a) e detalhe da base com a lâmina de vidro colada e da base de referência (b) [Fonte: autor].*

Com base nas deformações medidas, pode-se então estimar as tensões da camada de cola. Para isso, simulações são feitas no software ANSYS (Figura III-21), de forma a se determinar o equivalente em tensões no software para produzir as deformações vistas no teste empírico.

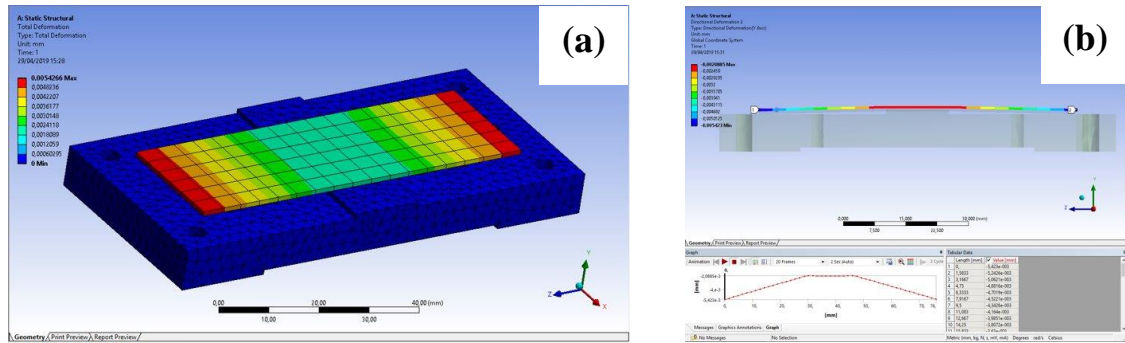


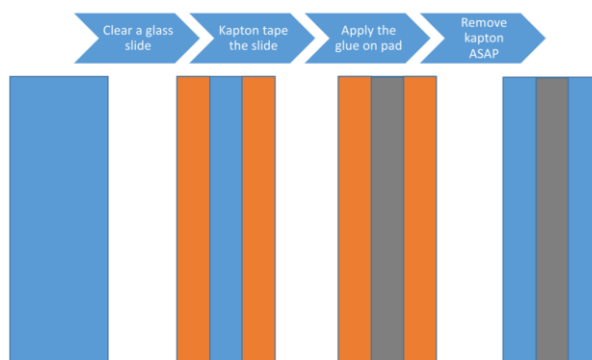
Figura III-21: Simulação de deformação de uma lâmina de vidro na base de alumínio utilizada no teste considerando encolhimento de 2% de uma camada de cola com as mesmas propriedades mecânicas que a 42HT-2LO em seu centro (a e b) [Fonte: autor].

As medidas dos sensores capacitivos são realizadas em intervalos de 10 segundos através de uma interface com o software *LabView 2017* e conversores analógico-digitais de um módulo *Compact RIO*, da *National Instruments*. Os dados foram tratados no *Matlab 2019*.

### Análise de gases residuais (RGA)

A volatilização de componentes dos materiais pode resultar o aumento da pressão da câmara e na contaminação das superfícies ópticas. A norma ASTM que qualifica materiais para aplicação em vácuo é a E595. A quantidade de voláteis aceitável é de  $<0.1\%$ , e condensáveis  $<0.01\%$  em massa [3]. A cola 42HT-2LO não possui solventes e é compatível com a norma de acordo com a fabricante MasterBond.

Para verificar-se a natureza dos gases desprendidos da resina em vácuo e quantificar sua contribuição ao aumento da pressão parcial de elementos pesados (massa molar  $> 44$  g/mol equivalente ao  $\text{CO}_2$ ), um filme de aproximadamente  $140\text{ }\mu\text{m}$  de espessura e  $142\text{ mg}$  gramas foi depositado em uma lâmina de microscopia de borosilicato (Figura III-22). A altura dessa camada foi definida por 2 folhas de Kapton de  $70\text{ }\mu\text{m}$  de espessura utilizadas como referência.



*Figura III-22: Procedimento para deposição de filme de aproximadamente 140  $\mu\text{m}$  de resina [Fonte: autor].*

Após cura em temperatura controlada ( $24^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ ) por 3 dias, o material foi colocado em uma câmara de alto vácuo ( $< 3 \times 10^{-7}$  mbar) equipada com uma bomba mecânica seca Adixen ACP 15 e uma bomba turbomolecular Hi Pace TC110 (Figura III-23 e Figura III-24). A análise de gases residuais na atmosfera da câmara foi realizada com um *RGA200* da *Stanford Research Systems - SRS* com limite de detecção de até  $5 \times 10^{-14}$  mbar (Figura III-25).



*Figura III-23: Estação de bombeamento de alto vácuo equipada com espectrômetro RGA200 para análise de gases residuais [Fonte: autor].*



*Figura III-24: Bomba turbo molecular Hi Pace TC110 (a) e bomba mecânica seca Adixen ACP 15 (b) [Fonte: Adixen].*

O espectro de massas da atmosfera resultante foi determinado em intervalos de 10 minutos durante 8 dias com alcance de detecção de massas até 200 u. Os dados foram analisados no software *Matlab 2019*. Para os testes, utilizou-se a eletro-multiplicadora, dispositivo para garantir maior sensibilidade, até  $10^{-14}$  mbar.



*Figura III-25: Espectrômetro para análise de gases residuais RGA200 com limite de detecção de até 200ua [Fonte: SRS].*

## Simulações

Utilizando-se as propriedades para o material customizado obtidas a partir de resultados experimentais com a colagem e medida de deformação das lâminas de vidro representando o adesivo MasterBond 42HT-2LO, simulações foram realizadas com o software *ANSYS Mechanical 2019*, na interface *WorkBench*.

Para simular o encolhimento do material, deslocamentos reais medidos com a montagem de sensores capacitivos foram correlacionados com tensões simuladas e um material customizado foi criado para resultar nas mesmas tensões estimadas no teste nas simulações. Esse material foi utilizado para simular os efeitos do encolhimento da cola em geometrias reais de espelhos KB (VFMs e HFMs). As deformações então determinadas foram utilizadas no software SRW (*Synchrotron Radiation Workshop*), do ESRF, para simulação da geometria final do foco na estação experimental Tarumã da linha de luz Carnaúba.

### Dilatometria linear

O coeficiente de expansão térmica linear (CTE) do silício (Si) puro possui grande variação com a temperatura. Porém, na temperatura nominal das linhas de luz do Sirius de 24°C, esse coeficiente é de cerca de 2,5 ( $\mu\text{m}/\text{m}$ )/K. Com o objetivo de se desenvolver uma liga de ferro-níquel Invar com coeficiente de expansão térmica o mais próximo possível da do silício, um pedido de 300Kg de material foi realizado ao Grupo Metal. De início, a composição requisitada foi a do Invar 39 que, segundo a norma ASTM B753, possui CTE entre 2,34 e 3,42 ( $\mu\text{m}/\text{m}$ )/K na faixa de 25 a 93°C dado um recozimento a 871°C. A empresa forneceu um tarugo de cerca de 10Kg forjado de onde três corpos de prova foram retirados em orientações ortogonais. Esses corpos de prova possuem geometria de acordo com a norma ASTM E831 para ensaio do tipo *Push Rod* (Figura III-26).

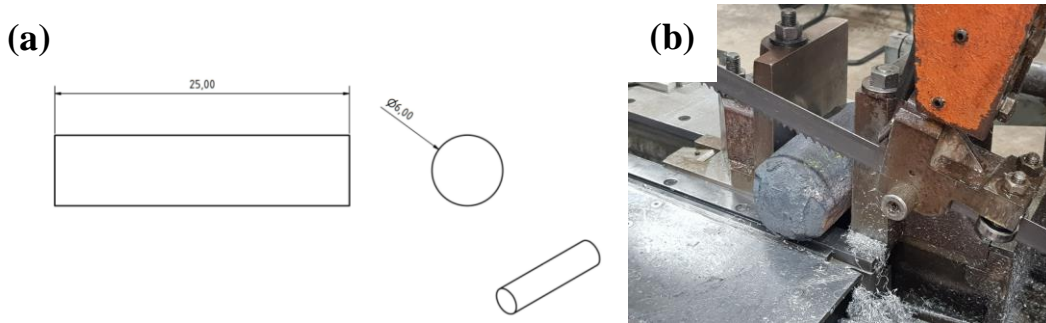
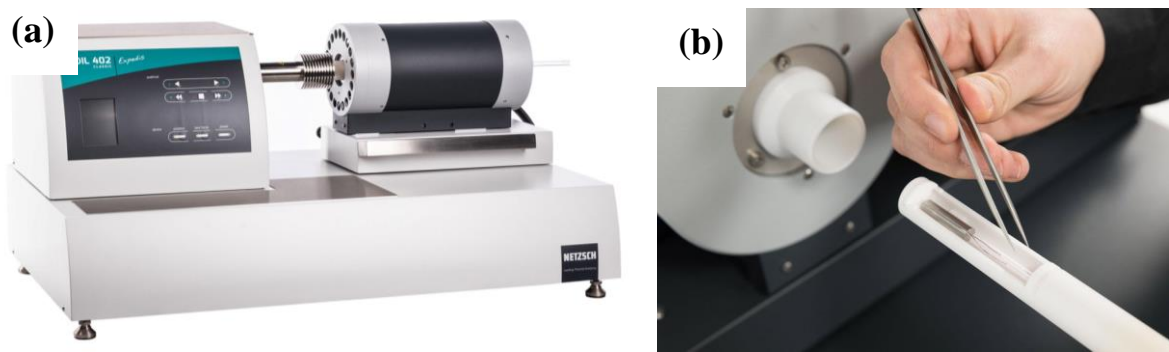


Figura III-26: Geometria dos corpos de prova (a) e corte do tarugo de amostra de Invar 39 (b)[Fonte: autor].

Outros três corpos de prova foram fabricados com a mesma geometria, porém com a liga Invar 36 (36% Ni e 64% Fe, recozido em 871°C) de um tarugo forjado com 1 ½ polegada de diâmetro da empresa Scientific Alloys. Esses corpos de prova foram retirados na orientação longitudinal do tarugo, pois foi observado a isotropia de expansão térmica nos ensaios anteriores.

Os corpos de prova foram analisados em uma máquina do estilo *push rod* NETZSCH 402 (Figura III-27) do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) USP com câmara de alumina e argônio como gás de purga. O aquecimento foi realizado na taxa de 5°C por minuto da temperatura ambiente até 300°C e as medidas de posição foram gravadas em função da temperatura do termopar tipo K junto a amostra com resolução melhor que 2nm. Um pré aquecimento à isoterma de 28°C por 30 minutos foi aplicado em um segundo teste para mitigar problemas de acomodação da amostra na câmara.

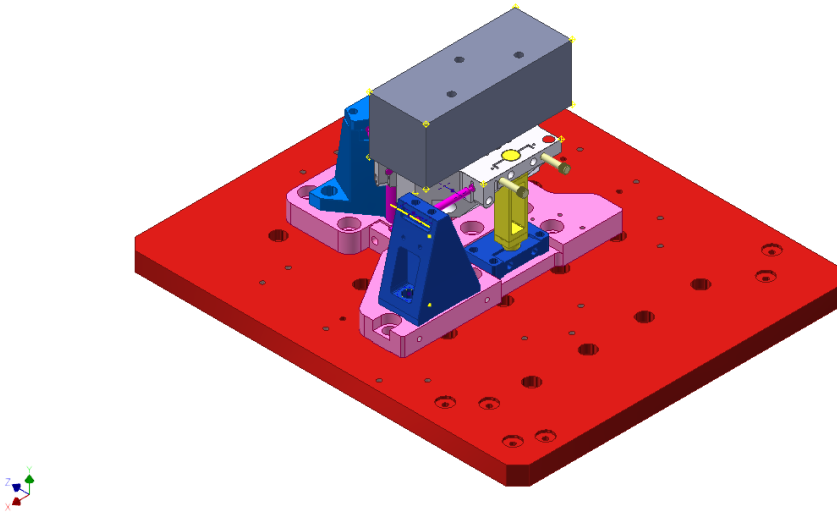


*Figura III-27: Dilatômetro NETZSCH 402 (a) e detalhe da câmara de amostras (b) [Fonte: NETZSCH].*

O próprio equipamento mede o comprimento real inicial da amostra e usa esse valor junto ao valor medido durante o aquecimento para calcular a variação no comprimento. Os dados foram exportados em arquivo .txt e o CTE foi calculado tanto em intervalos de temperatura quanto com a derivada numérica da curva de variação de comprimento por temperatura.

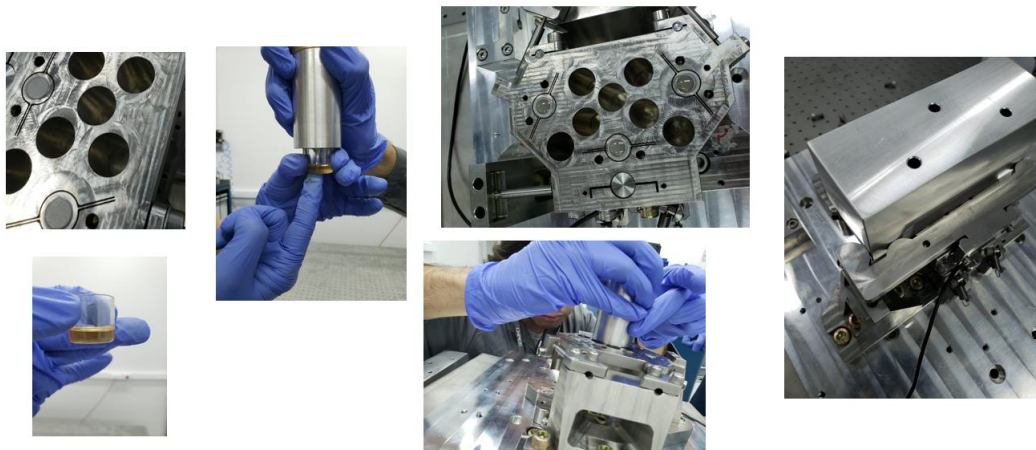
### **Análise em frequência**

Com o objetivo de validar as inovações conceituais existentes no projeto mecânico dos sistemas KB, incluindo os sistema de fixação por colagem entre o espelho e a base cinemática, um protótipo do conjunto HFM Tarumã foi fabricado (Figura III-28). A fabricação da base cinemática foi feita em aço inox AISI 304, ao invés da liga Invar customizada para reduzir custos. Um protótipo do espelho também foi fabricado, em alumínio, material esse escolhido por ter densidade similar ao silício (2,7 (MATWEB) contra 2,3 g/cm<sup>3</sup> (MATWEB), respectivamente). Esse protótipo foi utilizado para o ensaio modal para a obtenção da função de resposta em frequência (FRF) em múltiplos pontos, mas tendo como foco um ponto na base e outro imediatamente acima no protótipo de espelho de forma a validar o acoplamento entre os corpos.

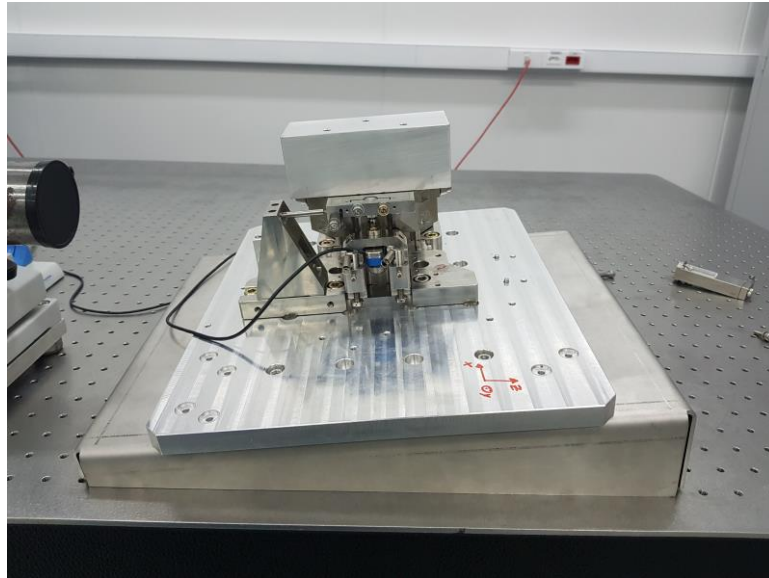


*Figura III-28: CAD do protótipo fabricado para análise em frequência [Fonte: autor].*

O procedimento de colagem foi realizado de forma a reproduzir as condições que serão aplicadas na colagem final do espelho de silício (Figura III-29). Para garantir o alinhamento do espelho em relação à base, nos três graus de liberdade do plano base, um apoio de três pontos foi usinado e todo o conjunto foi montado sobre uma superfície inclinada em  $10^\circ$  de modo que o próprio peso do espelho garante que ele é mantido em contato com os pontos durante a cura da resina (Figura III-30). A resina MasterBond 42HT-2LO com as microesferas de  $50\mu\text{m}$  foi depositada em cada um dos três pontos de colagem utilizando o dispositivo de aplicação.

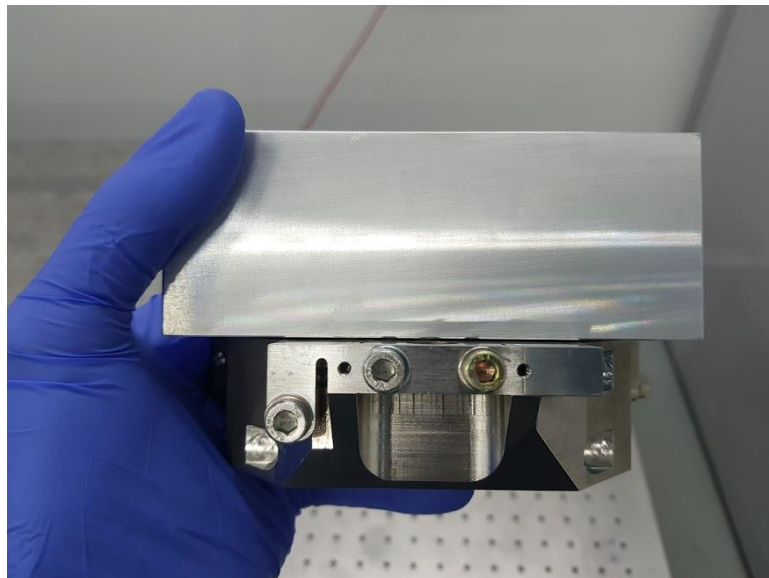


*Figura III-29: Colagem do protótipo de alumínio na base cinemática [Fonte: autor].*



*Figura III-30: Detalhe da superfície inclinada utilizada para garantir o alinhamento do protótipo [Fonte: autor].*

A cura da resina foi feita durante 3 dias em uma sala limpa com temperatura controlada em  $24 \pm 0,1^\circ\text{C}$  e umidade de 50% (Figura III-30). Após esse período, o apoio de três pontos e a superfície inclinada foram removidos e as análises modais foram conduzidas.



*Figura III-31: Espelho "dummy" de alumínio colado na base cinemática de AISI 304 [Fonte: autor].*

O procedimento consiste em impactar um mesmo ponto na base com o martelo *PCB Impact Hammer 086C03* enquanto um acelerômetro de três eixos *Kistler 8766a500b* posicionado no espelho mede as acelerações resultantes. Uma vez que o martelo é equipado

com um transdutor de força piezoelétrico, ele responde com um sinal de tensão proporcional à força do impacto. O acelerômetro, também piezoelétrico, responde com três valores de tensão proporcionais a aceleração de cada eixo ortogonal. Todos os valores de tensão são gravados em tempo real por uma placa de captura *Ni USB 4421 true 24 Bits* e interpretados pelo software *Signal Express*, da *National Instruments*, em 10KHz (Figura III-32). Esse software calcula então a função transferência Saída (acelerômetro)/ Entrada (martelo) e gera o gráfico da função de resposta em frequência, bem como um gráfico de coerência do sinal. Esses dados são, então, exportados para Matlab, onde são pós-processados nas frequências de interesse.

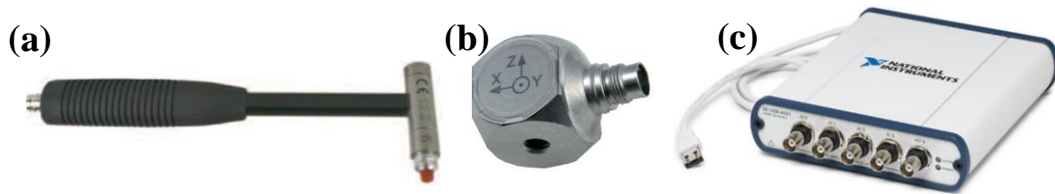


Figura III-32: Martelo 086C03 (a), acelerômetro 8766a500b (b) e placa de aquisição Ni USB 4431 (c) utilizados [Fonte: CNPEM].

Todos os resultados foram exportados seguindo o alinhamento do espelho no sistema de coordenadas do Sirius, onde o eixo Z é colinear com o feixe de Raios X (Figura III-33).

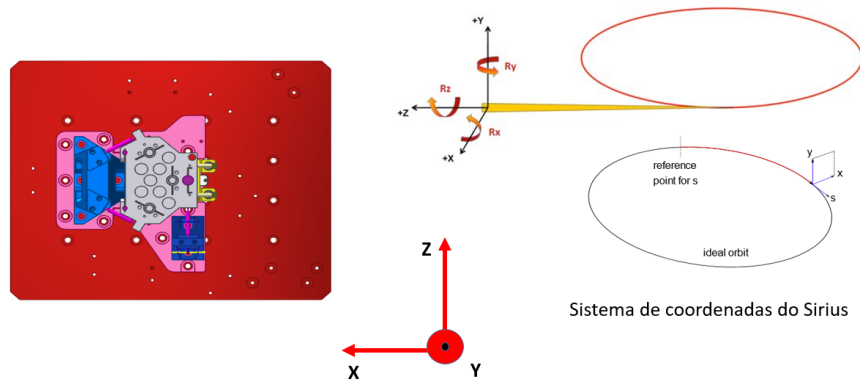


Figura III-33: Sistema de coordenadas adotado na análise em frequência [Fonte: autor].

## IV. Resultados e Discussão

### Definição da camada de cola

A fim de se ter boa repetibilidade do processo de colagem para diferentes conjuntos de espelhos para aplicação em linhas de luz da fonte síncrotron Sirius, optou-se pelo uso de microesferas de vidro como espaçadores para a camada de cola. Seu objetivo é limitar a aproximação de dois substratos planos à uma altura equivalente, ou próxima de seu diâmetro, para uma camada de cola determinística. Idealmente, a altura da camada de cola deve ser suficientemente pequena para garantir uma boa rigidez da junção, mas deve ter espessura suficiente para garantir boa adesão, suprimindo eventuais erros de planicidade das superfícies, de forma a garantir sua presença em toda a superfície de união. O laboratório dispõe de duas amostras de microesferas de borosilicato da Cospheric de 50 e 100 micrometros de diâmetro nominal, modelos SLGMS-2.5 53-56 e SLGMS-2.5 100-106 respectivamente.

A rigidez normal de um elemento pode ser descrita por (STEPHEN TIMOSHENKO, 1994):

$$k = \frac{A.E}{L} \quad (18)$$

e a transversal (cisalhamento) por (STEPHEN TIMOSHENKO, 1994):

$$k = \frac{A.G}{L} \quad (19)$$

com  $A$  sendo a área da secção (transversal ou perpendicular respectivamente),  $E$  o módulo elástico,  $L$  a altura do material e  $G$  o módulo de cisalhamento, que, para materiais isotrópicos, é dado por (CALISTER, 2016):

$$G = \frac{E}{2.(1+\nu)} \quad (20)$$

com  $\nu$  sendo o coeficiente de Poisson do material.

Para a resina MasterBond 42HT-2LO, temos:

- $E = 2,4 \text{ GPa}$  (datasheet)
- $\nu = 0,33$  (estimado)
- $G = 9,02 \text{ GPa}$  (calculado)

Foi inicialmente definido que as interfaces de colagem dos espelhos nas bases seriam em três pontos de apoio circulares com 8mm de diâmetro. Logo, para camadas com alturas definidas pelas duas diferentes amostras de microesferas presentes no laboratório (50 e 100  $\mu\text{m}$ ), cada ponto de apoio colado teria rigidez normal e transversal, desconsiderando a influência da rigidez extra das esferas, respectivamente, de:

- 50  $\mu\text{m}$ :  $2,41 \cdot 10^9$  e  $3,32 \cdot 10^8 \text{ N/m}$
- 100  $\mu\text{m}$ :  $1,21 \cdot 10^9$  e  $1,66 \cdot 10^8 \text{ N/m}$

Em ambos os casos, a rigidez da união é alta, mas a escolha da camada de 50  $\mu\text{m}$  é favorável, uma vez que resulta no dobro da rigidez além de metade de material, sendo uma vantagem em termos de estabilidade do vácuo. Desconsiderando sobras de material, cada ponto de colagem nessas condições tem 2,5  $\mu\text{l}$ , cerca de 3,3 mg de material.

De todo modo, essa camada deve ser definida pela pressão resultante do peso do espelho apoiado sobre os três pontos de colagem. Uma estimativa com um espelho de 2Kg sobre os três pontos de 8mm de diâmetro resulta em uma pressão média de 0,13 Mpa que deve responsável por aproximar as superfícies dos substratos e da base do espelho até uma distância próxima do diâmetro das esferas.

Alguns adesivos epóxi previamente testados (MasterBond 30LTE-2 e MasterBond 37-3FLFAO) possuem carga de partículas de alumina em sua composição. Essas partículas, mesmo tendo diâmetro médio de aproximadamente 12  $\mu\text{m}$  e  $d_{90}$  de 40  $\mu\text{m}$  de acordo com o fabricante, demonstraram-se inviáveis para obtenção de camadas inferiores a 70  $\mu\text{m}$ , o que não ocorre com a resina MasterBond 42HT-2LO, que não possui cargas.

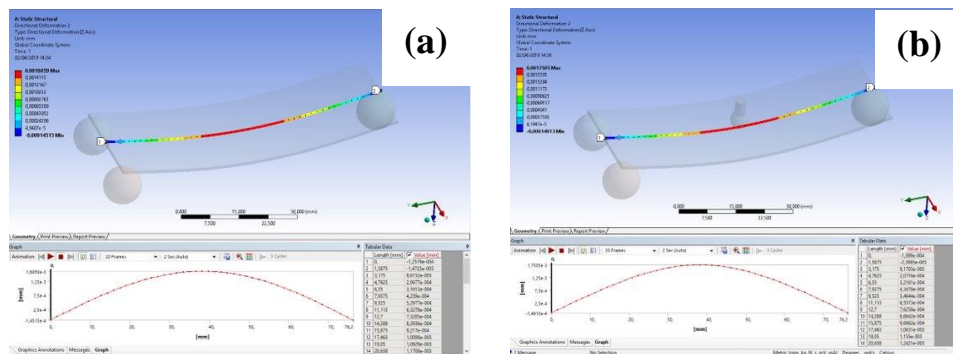
A validação da obtenção da camada mínima foi realizada utilizando-se a montagem de testes apresentada anteriormente para promover a colagem de duas lâminas de microscopia de

vidro borossilicato de aproximadamente 65x25mm com a resina 42HT-2LO e microesferas de 50  $\mu\text{m}$  em proporção mássica de 1%, com a aplicação de uma força de pré-carga de 170N por meio de 8 molas, resultando em uma pressão de 0,105 Mpa.

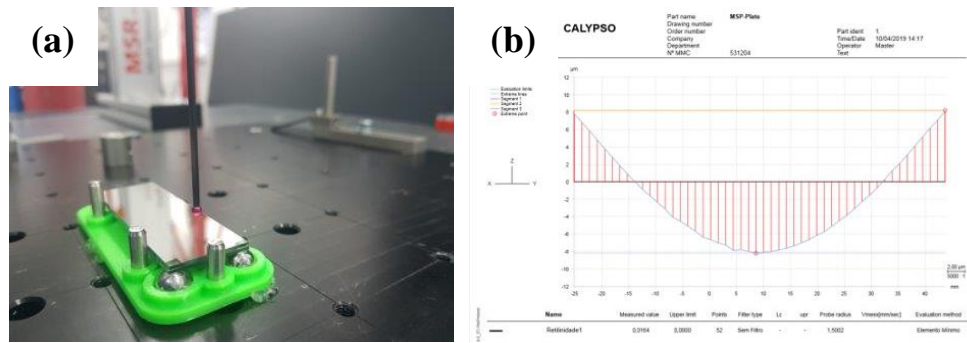
Para a validação do uso das lâminas de vidro no teste, elas foram caracterizadas em termos de rugosidade e forma, uma vez que se espera poder garantir uma camada homogênea entre as superfícies coladas, sendo a espessura definida apenas pelas esferas.

Um total de 12 medições com um rugosímetro Mitutoyo SJ-210 foram realizadas em duas lâminas de lotes diferentes tendo rugosidade RA média de 0,117  $\mu\text{m}$  e 0,112  $\mu\text{m}$ , com desvios de 0,002  $\mu\text{m}$  e 0,0015  $\mu\text{m}$  respectivamente.

O perfil das lâminas foi medido utilizando-se a máquina de medição de coordenadas (MMC) Zeiss CALYPSO e corrigido para a sagita gerada pelo peso da lâmina e pela força do apalpador (100mN) com base em simulações no software ANSYS (Figura IV-1). Foi verificado que a deformação máxima (entre centro e extremidades) das lâminas é de cerca de 14  $\mu\text{m}$  (Figura IV-2). Por ser de baixa frequência, essa deformação não atrapalha o teste de colagem e pode ser facilmente compensada com uma pequena pré-carga, visto a alta flexibilidade das lâminas de apenas 1mm de espessura.

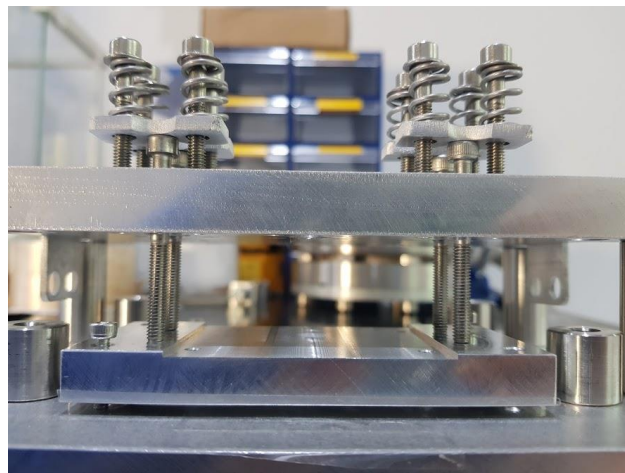


*Figura IV-1: Simulação da deformação gerada pelo próprio peso da lâmina (máxima 1,61  $\mu\text{m}$ ) (a) e pela força do apalpador (máxima 1,75  $\mu\text{m}$ ) (b) [Fonte: autor].*



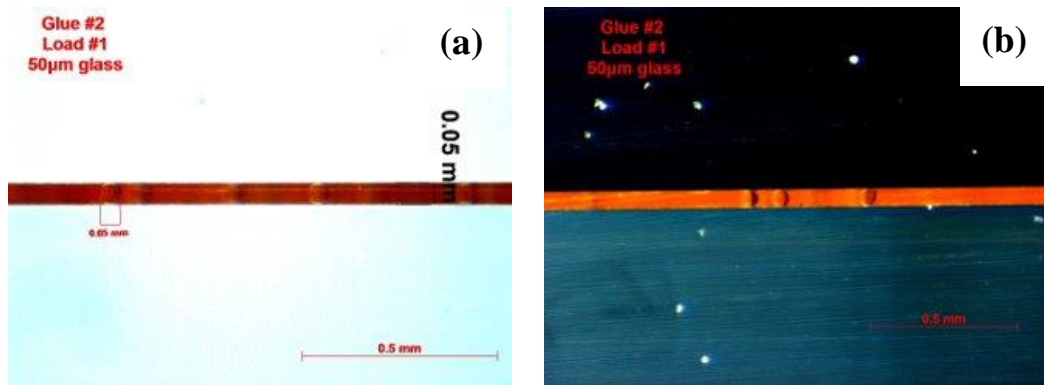
*Figura IV-2: : Montagem de medição de lâminas com a MMC (a) e deformação medida ao longo da linha média da superfície superior da lâmina de ponta-a-ponta (b) [Fonte: autor].*

Para a colagem das lâminas, o adesivo MasterBond 42HT-2LO foi preparado de acordo com o procedimento já descrito tendo a incorporação das microesferas de 50  $\mu\text{m}$  em 1% em massa. Uma pequena quantidade de adesivo foi adicionada manualmente no centro de uma das lâminas e ambas foram aproximadas utilizando-se o sistema de pré-carga da montagem de testes, sem os sensores capacitivos (Figura IV-3).



*Figura IV-3: Montagem de testes para aplicação de pré-carga para teste de definição da camada de cola com microesferas de 50  $\mu\text{m}$  [Fonte: autor].*

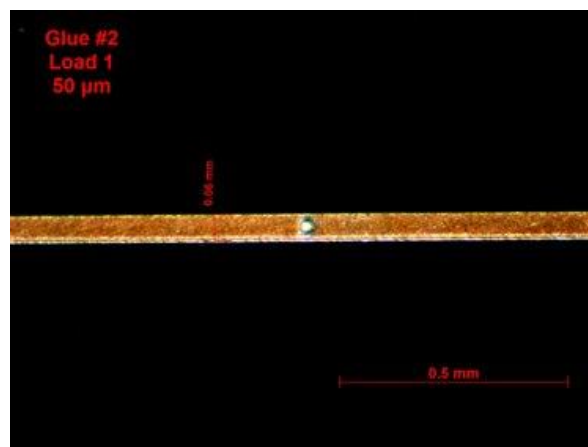
Após o período de cura de três dias, a lâmina foi removida do setup e uma de suas laterais foi lixada com lixas de carbetto de silício de 400 a 2000 mesh e em seguida polida com pasta de diamante de 6 e 1  $\mu\text{m}$ . A altura da camada foi então medida com o microscópio ZEISS *SteREO Discovery V12* (Figura IV-4).



*Figura IV-4: Micrografia da camada de cola definida pelas microesferas de 50  $\mu\text{m}$  e pré-carga de 0,105 Mpa (a e b) [Fonte: autor].*

Constatou-se então que a pressão de apenas 0,1MPa é suficiente para a aproximação das superfícies até as esferas para definição da altura da camada de cola.

Um segundo teste foi realizado com uma força aproximadamente três vezes menor, de 56N, resultando em uma pressão de 0,035 Mpa. A altura da camada resultante com essa pré-carga foi de aproximadamente 60  $\mu\text{m}$  (Figura IV-5).



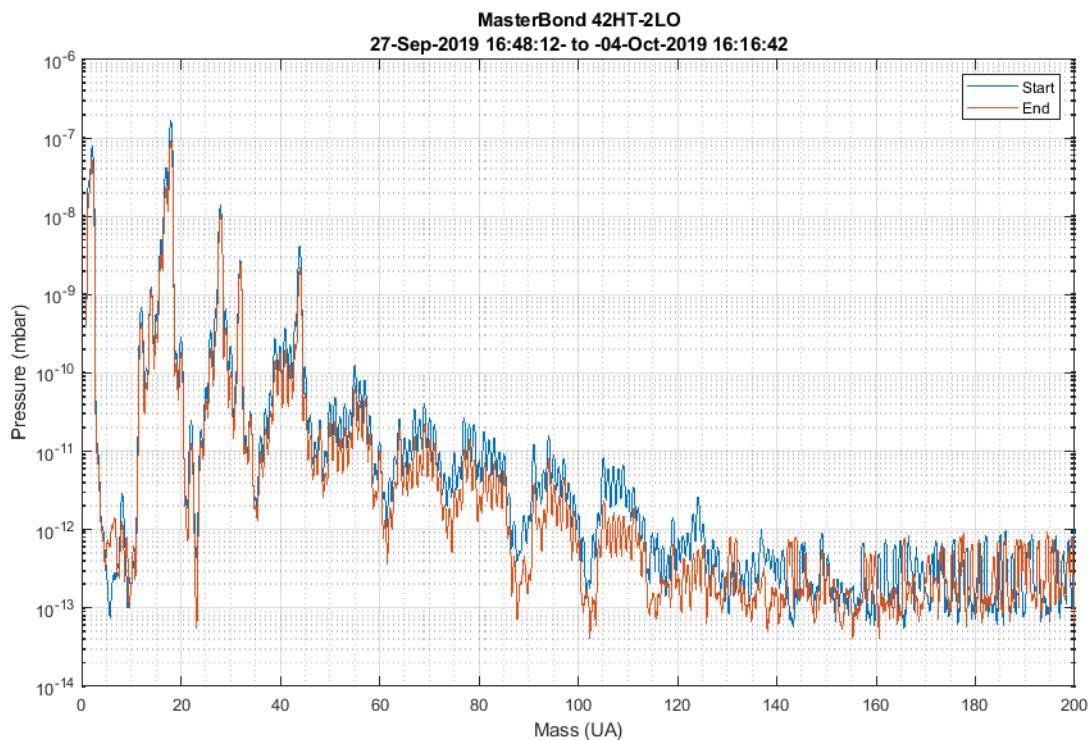
*Figura IV-5: Micrografia da camada de cola definida pelas microesferas de 50  $\mu\text{m}$  e pré-carga de 0,035 Mpa [Fonte: autor].*

A facilidade da obtenção da camada limitada ao diâmetro das esferas espaçadoras com pressões relativamente baixas podem ser associada com a baixa viscosidade do material, de cerca de apenas  $1,1 \times 10^5$  cps. Para fins de comparação, a viscosidade de uma resina epóxi Stycast 2850FT com catalizador 24LV, antigamente utilizada pelo grupo, é de cerca de  $3,0 \times 10^5$  cps.

## Estabilidade do material em vácuo

O adesivo MasterBond 42HT-2LO é compatível com norma ASTM E595 que qualifica materiais para aplicação em vácuo.

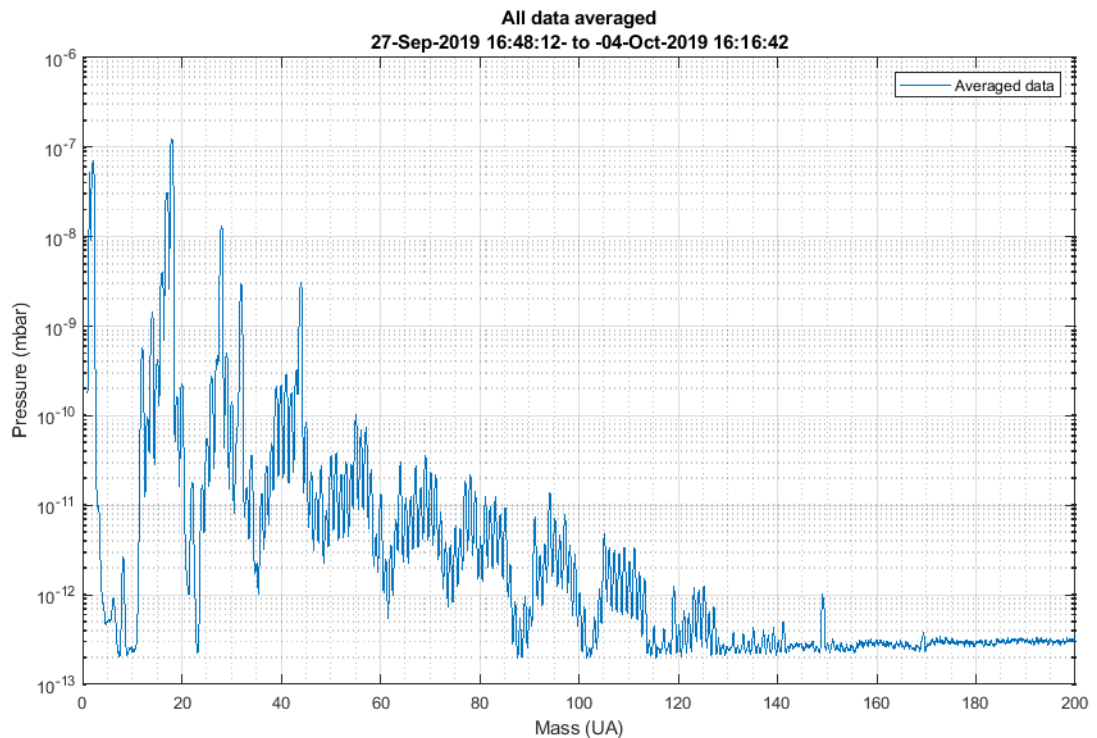
A lâmina com material depositado foi inserida na câmara de vácuo já apresentada na secção Materiais e Métodos. O espectro de massas da atmosfera com RGA resultante foi gravado em intervalos de 10 minutos durante 8 dias com alcance de detecção de massas até 200 u (Figura IV-6).



*Figura IV-6: Espectros da atmosfera da câmara obtidos no início e no final do teste (8 dias) - pressão parcial dos elementos [Fonte: autor].*

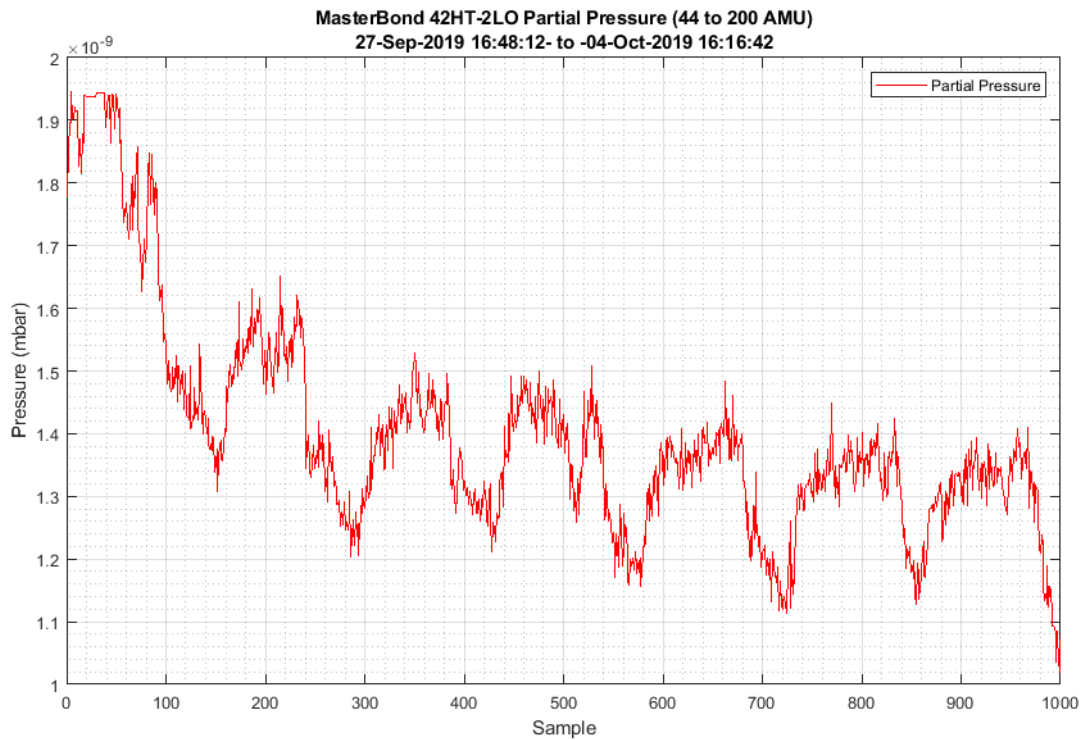
Elementos como água ( $\text{H}_2\text{O}$ - 18,01 u), gás oxigênio ( $\text{O}_2$  - 31,99 u), e dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$  - 44,01 u) possuem picos de pressão parcial bem acentuados. Para o primeiro, sua origem pode ser desde vazamentos em vedações do sistema de vácuo a água adsorvida nas paredes da câmara, ou mesmo água presente na resina epóxi (de 0,030 - 1.2 % em massa (ELLIS, 1993)). Sua presença não é considerada crítica pois pode ser removida com bombeamento ou *baking* (aquecimento dos componentes em vácuo). Já a presença dos gases  $\text{O}_2$  e  $\text{CO}_2$  deve-se a vazamentos.

Uma média das primeiras 1000 medições foi plotada a fim de se reduzir o ruído branco próximo ao fundo de escala e é mostrada na Figura IV-7.



*Figura IV-7: Espectros médio de todas as primeiras 1000 medições [Fonte: autor].*

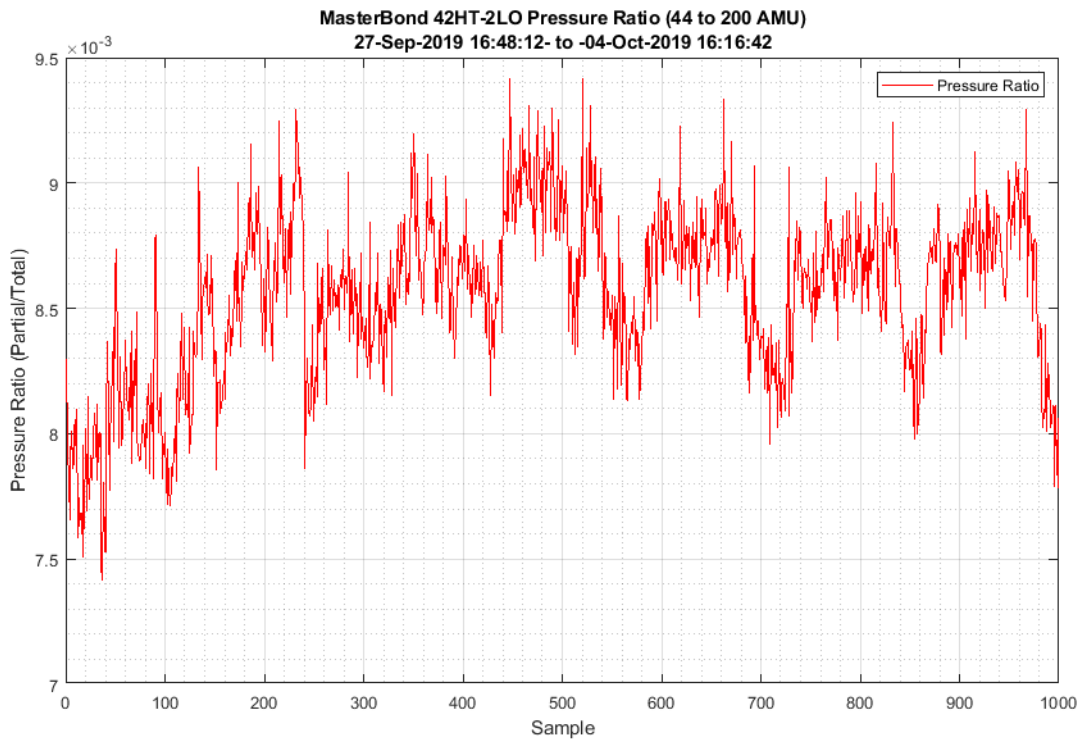
Demais elementos mais pesados que o gás  $\text{CO}_2$  aparecem de forma menos definida, em intervalos largos e podem ser atribuídos à voláteis provenientes da resina. Sua presença diminui quanto maior a massa. A pressão parcial de todos os elementos detectados entre 44 e 200 u para cada amostra de medição foi plotada ao longo dos 8 dias de teste (Figura IV-8).



*Figura IV-8: Pressão parcial dos elementos entre 44 e 200 u detectados durante os 8 dias de teste [Fonte: autor].*

Pode-se verificar que seu valor inicialmente pequeno (cerca de  $2 \times 10^{-9}$  mbar) em comparação à pressão da câmara (ordem de  $10^{-7}$  mbar) se reduziu ao longo do ensaio por um fator próximo de 2. Ou seja, elementos voláteis desprendidos da resina foram bombeados e foi possível reduzir-se sua pressão parcial.

A contribuição desses elementos considerados provenientes da resina na pressão total da câmara foi calculada. Em nenhum momento esses elementos representaram fração maior que 1% da pressão total da câmara de vácuo (Figura IV-9).



*Figura IV-9: Contribuição da pressão parcial de elementos entre 44 e 200 u na pressão total da câmara [Fonte: autor].*

É importante destacar que as condições do teste não são as mesmas da aplicação final devido ao nível de vácuo atingível pelo sistema utilizado ser na ordem de  $10^{-7}$  mbar, contra o esperado de  $10^{-9}$  mbar no ambiente de operação dos espelhos. Ainda, as medidas de RGA estão sujeitas a contaminantes provenientes de outros componentes da câmara, bem como de vazamentos. Por outro lado, esse tipo de análise tem-se demonstrado confiável com a aplicação em diversos projetos do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. A lâmina ao final do teste é apresentada na Figura IV-10.

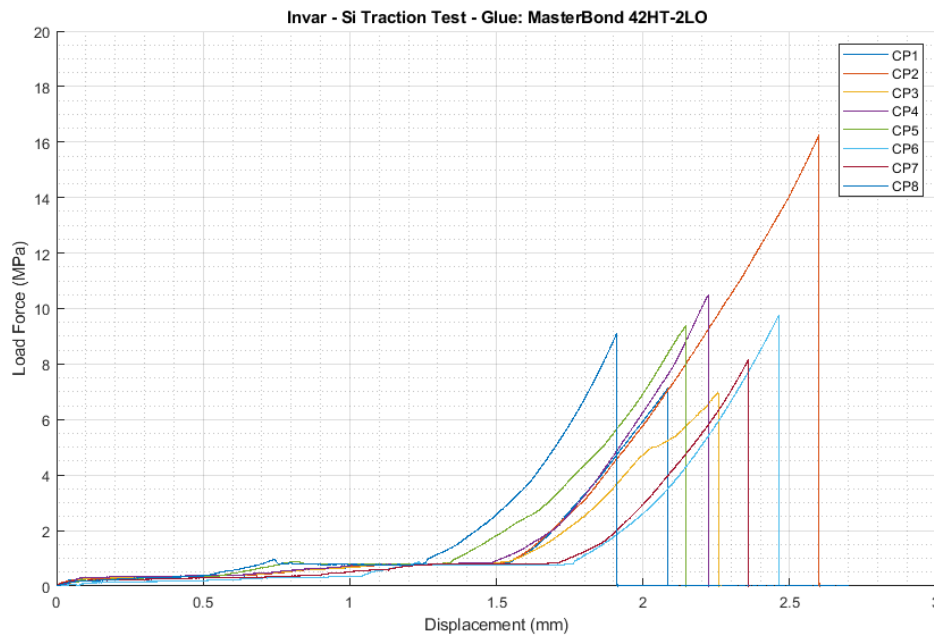


*Figura IV-10: Lâmina de vidro com resina 42HT-2LO após teste de RGA [Fonte: autor].*

### **Adesão aos substratos**

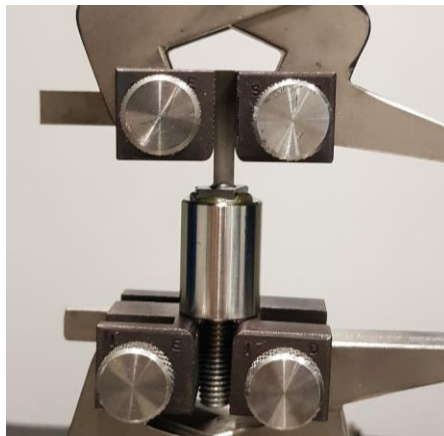
- Ensaio de tração - Invar - Silício

As amostras de Invar 39 e silício coladas com a resina MasterBond 42HT-2LO com as esferas de 50  $\mu\text{m}$  para definição das camadas de cola foram ensaiadas em tração uniaxial em taxa constante deslocamento de 1mm/minuto. A força foi medida até a separação dos corpos de prova e a tensão foi calculada com base na geometria do corpo de prova de Invar (secção de 4,5x4,5mm). Os dados foram plotados em uma curva de Deslocamento (mm) x Tensão (MPa). O deslocamento é fornecido pela máquina, ou seja, não foram utilizados extensômetros. Destaca-se que os valores de deslocamento medidos são bem altos e não podem ser utilizados para calcular a deformação da camada de cola pois compreendem a acomodação das folgas de montagem das garras e fixação das amostras.



*Figura IV-11: Curva de Tensão x Deslocamento para 8 corpos de prova de silício e Invar 39 [Fonte: autor].*

Como apresentado na secção de Materiais e Métodos, alguns dos corpos de prova de Invar foram atacados em solução de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) 20% em água por 60 segundos a fim de se aumentar a rugosidade da superfície de Invar por corrosão e consequentemente aumentar a adesão da resina no mesmo. Outros corpos de prova foram lixados com lixas de carbetto de silício de 400, 600, 1200 e 2000 mesh. Os conjuntos colados foram presos com as garras como ilustrado na Figura IV-12.

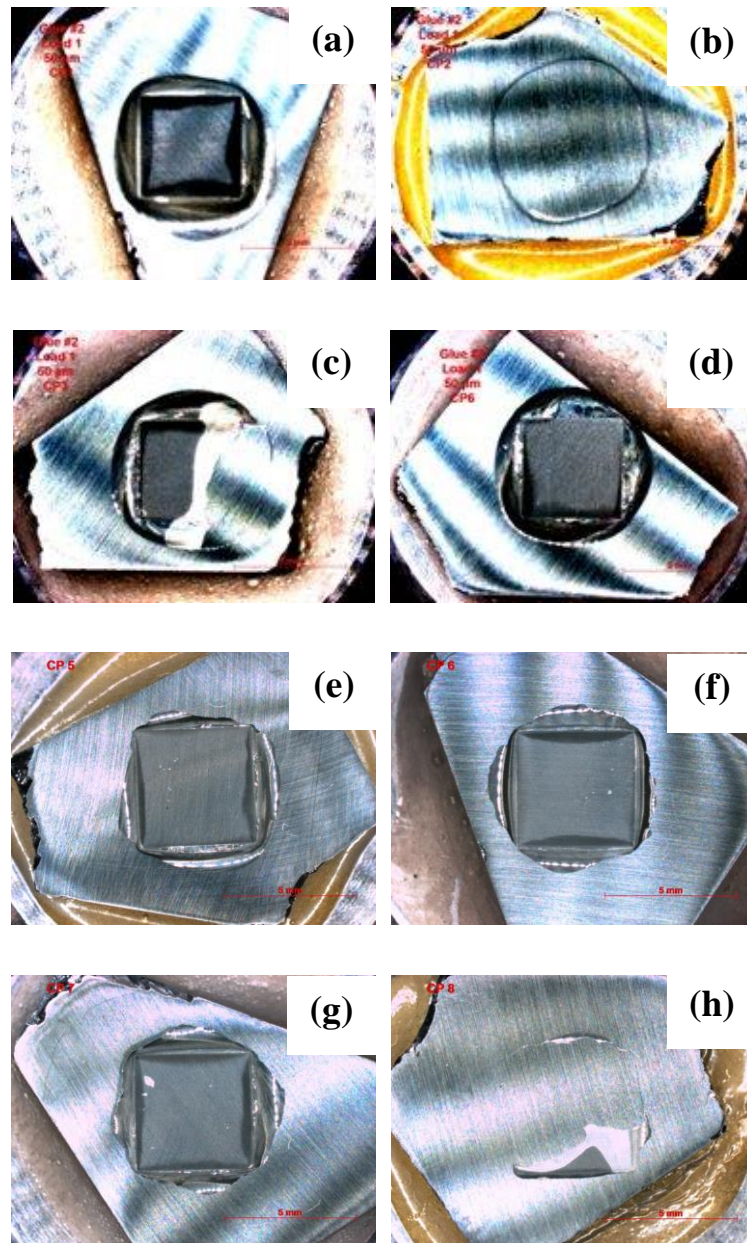


*Figura IV-12: Corpo de prova de Invar e silício colados com MasterBond 42HT-2LO preso nas garras para ensaio de tração [Fonte: autor].*

Os dados de cada corpo de prova são compilados na Tabela 2.

*Tabela 2: Valores de tensão de ruptura dos ensaios de adesão Silício - Invar*

Corpo de Prova	Superfície	Ruptura (MPa)	Local Ruptura
1	Ataque HNO <sub>3</sub>	7,1	Invar
2	Ataque HNO <sub>3</sub>	16,2	Silício
3	Ataque HNO <sub>3</sub>	6,9	Invar
4	Lixa 2000 mesh	10,5	Invar
5	Lixa 2000 mesh	9,4	Invar
6	Lixa 2000 mesh	9,8	Invar
7	Lixa 2000 mesh	8,2	Invar
8	Lixa 2000 mesh	9,1	Silício

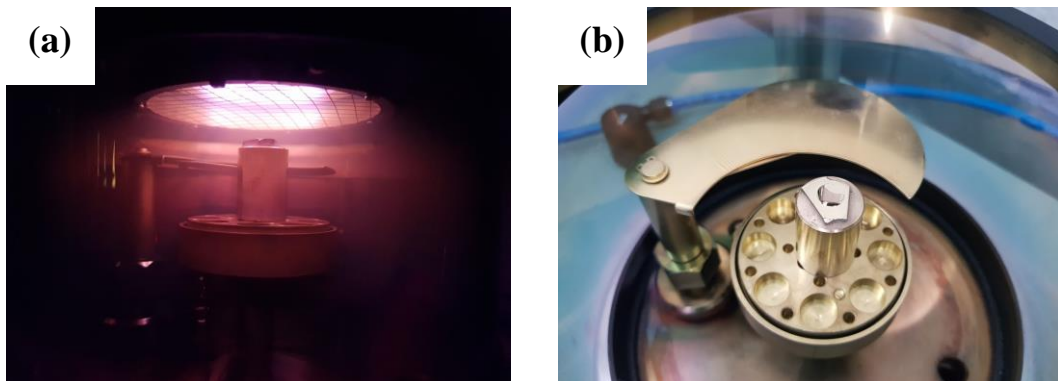


*Figura IV-13: Micrografias das superfícies dos retalhos de silício após os ensaios de tração dos corpos de prova 1 a 8 (a até h). Zeiss SteREO Discovery V4 [Fonte: autor].*

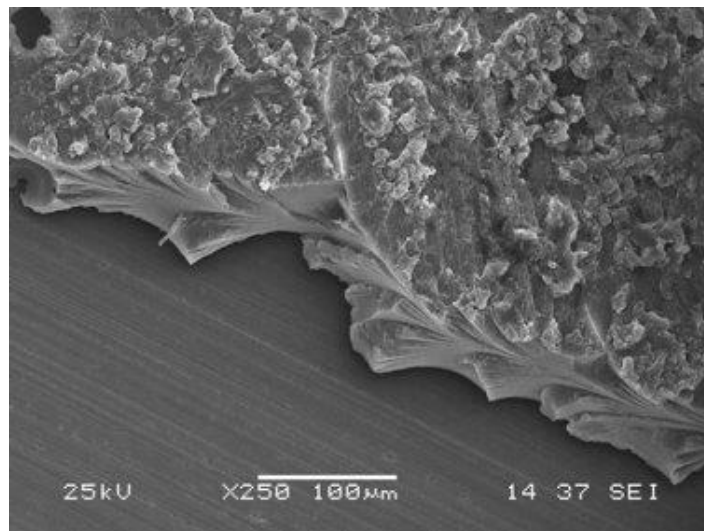
Embora haja grande dispersão dos valores de tensão de ruptura, é claro que o substrato com menor interação com a resina é o Invar (Figura IV-13). No caso onde houve a falha a interface com o silício, a tensão máxima foi significativamente maior (cerca de 50%).

A fim de se estudar a interação da matriz epóxi com as esferas de vidro, além de se determinar o tipo de fratura e modo de falha, a amostra número 3 foi levada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). Devido ao fato de a resina não ser condutora, uma camada de aproximadamente 200 nanômetros de ouro foi depositada sobre toda a amostra por *rf sputtering*

(Figura IV-14). Essa amostra foi escolhida por melhor representar um caso onde houve falha adesiva (descolamento do substrato) tanto no silício quanto no Invar.

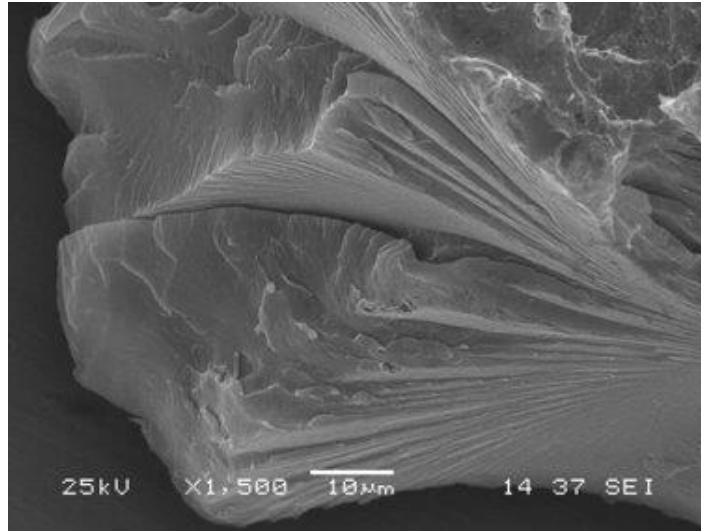


*Figura IV-14: Processo de deposição de ouro por sputtering (a) e amostra metalizada para MEV (b) [Fonte: autor].*



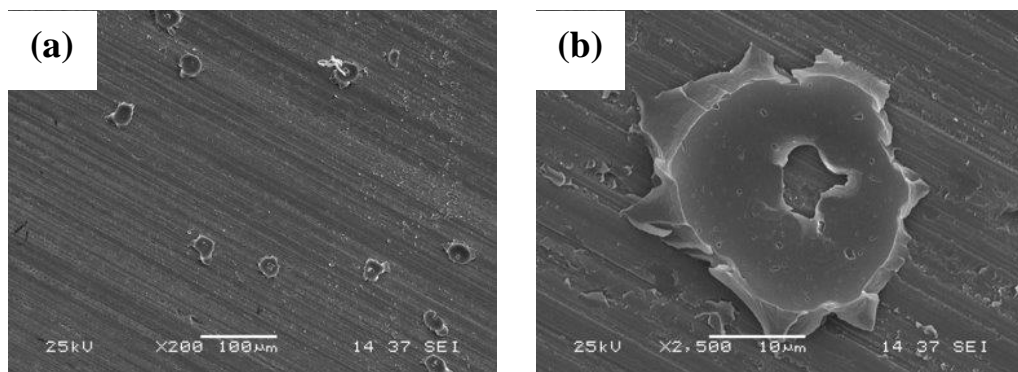
*Figura IV-15: Micrografia por MEV da zona de transição do descolamento [Fonte: autor].*

A micrografia Figura IV-15 foi realizada na zona de transição entre o descolamento do substrato de Invar e do substrato de silício. A superfície da resina na região onde houve o descolamento do Invar apresenta caráter rugoso, copiando a topografia deixada pelo ataque químico de ácido nítrico no mesmo. A superfície de silício apresenta-se livre de resíduos de cola nessa imagem. A fratura coesiva da resina apresenta caráter típico de fratura frágil (CALISTER, 2016), sem evidência de escoamento, com superfícies lisas resultadas da rápida e fácil propagação da trinca, denunciando baixa ductilidade do material. A superfície da fratura é evidenciada na Figura IV-16.



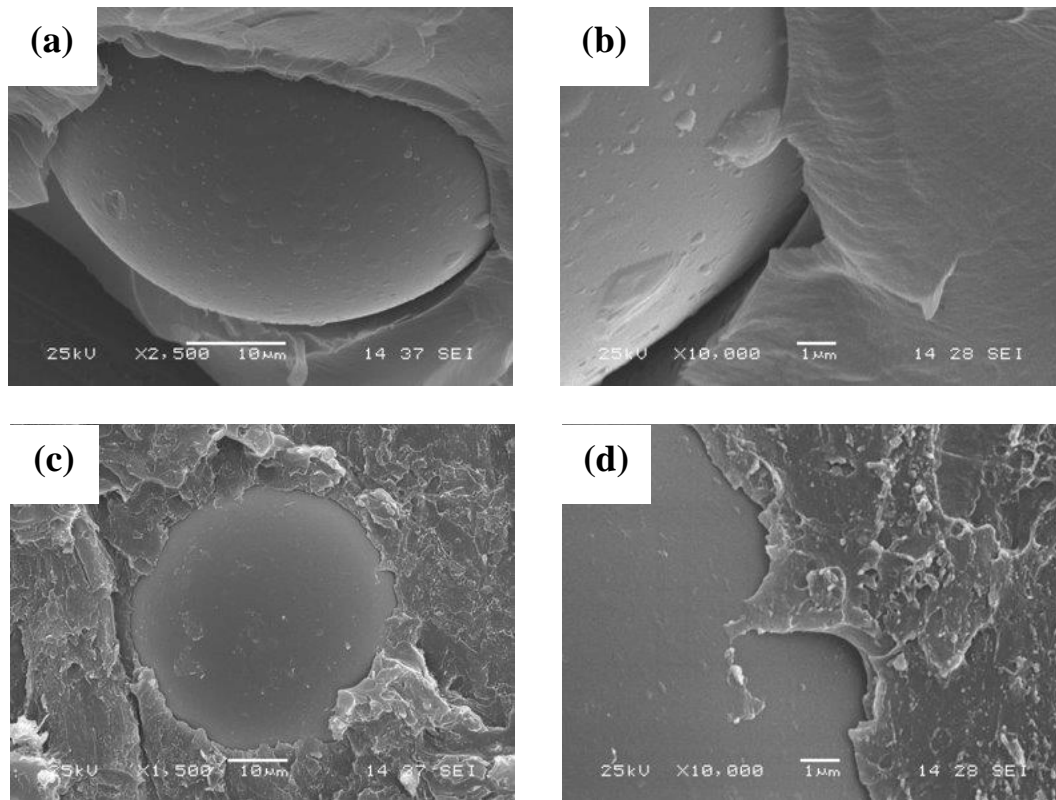
*Figura IV-16: Micrografia por MEV da superfície da fratura [Fonte: autor].*

Embora a superfície do silício após o descolamento tenha se apresentado limpa, algumas porções apresentaram resquícios de resina com geometria que lembra uma calota de esfera (Figura IV-17). Esse material foi sobra da resina entre as esferas e o substrato de silício quando elas foram removidas juntas ao pino de Invar.



*Figura IV-17: Micrografia por MEV da superfície do silício (a) e detalhe de porção de resina remanescente (b) [Fonte: autor].*

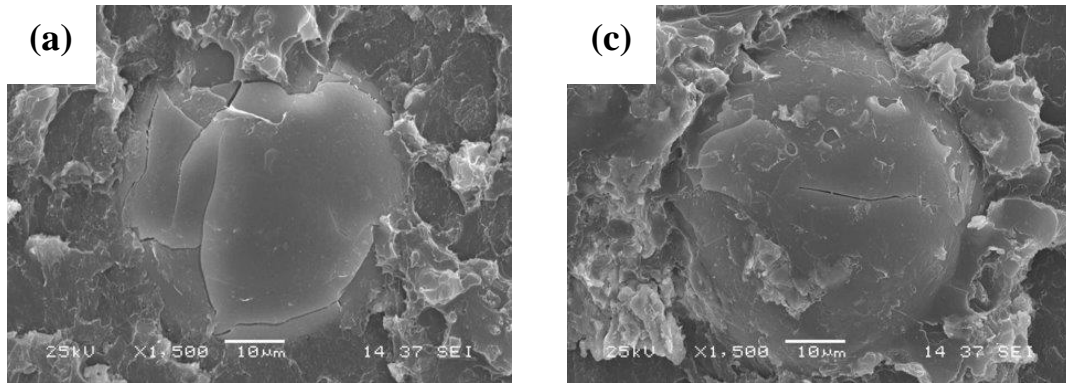
Outra informação importante decorrente da microscopia MEV da fratura foi a baixa interação das esferas de vidro com a matriz epóxi. Praticamente todas as esferas encontradas apresentaram sinais de baixo molhamento, havendo separação em relação à resina (Figura IV-18).



*Figura IV-18: Micrografias por MEV de esferas de vidro apresentando baixa interação com a matriz epóxi (a e c) e detalhe das interfaces das mesmas (b e d) [Fonte: autor].*

Os motivos que acarretam o baixo molhamento e baixa adesão das esferas pela matriz de resina MasterBond 42HT-2LO não são conhecidos. Destaca-se que essa baixa interação introduz defeitos de descontinuidade no material, podendo atuar como concentradores de tensão e nucleadores de trincas (CALISTER, 2016), além de reduzirem a rigidez do mesmo (presença de vazios). Desse modo, o uso de esferas de vidro como espaçadores não deve ser deliberado e deve-se buscar a menor proporção possível para cada aplicação.

Verificou-se também que algumas esferas estavam quebradas (Figura IV-19). Seu rompimento provavelmente se deu com a aplicação de pré-carga, resultando em vazios com geometria angular que podem atuar como nucleadores de trincas.

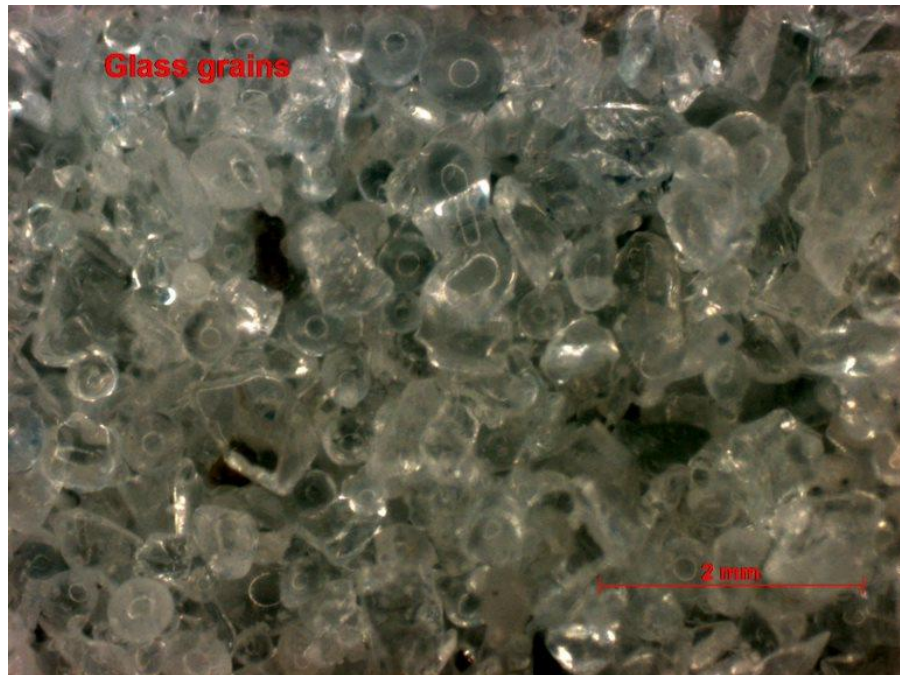


*Figura IV-19: Micrografia por MEV de esferas de vidro que apresentaram quebra (a e b)  
[Fonte: autor].*

Em montagens onde a resina será solicitada de maneiras diferentes da proposta para a montagem dos espelhos KB nesse trabalho (ciclagem térmica, tração, vibração) uma nova validação do material é necessária, garantindo que as mesmas condições de operação são satisfeitas nos testes.

- **Ensaio de tração - Invar - Invar**

No ensaio de tração da união Invar-Silício com a resina MasterBond 42HT-2LO foi verificado que a menor adesão é com o substrato de Invar. Esse fator é importante, pois a superfície de Invar é a única passível de modificação para a montagem dos espelhos KB. Ataques químicos com solução de ácido nítrico 20% em água foram testados para aumentar-se a rugosidade do substrato na tentativa de melhorar a interação da cola, mas estes se mostraram ineficientes. A modificação mecânica da superfície por jateamento de granalhas de vidro (Figura IV-20) foi testada em quatro pares de corpos de prova de Invar 39 que foram colados entre si para a caracterização da tensão necessária para a falha entre a resina e o metal.

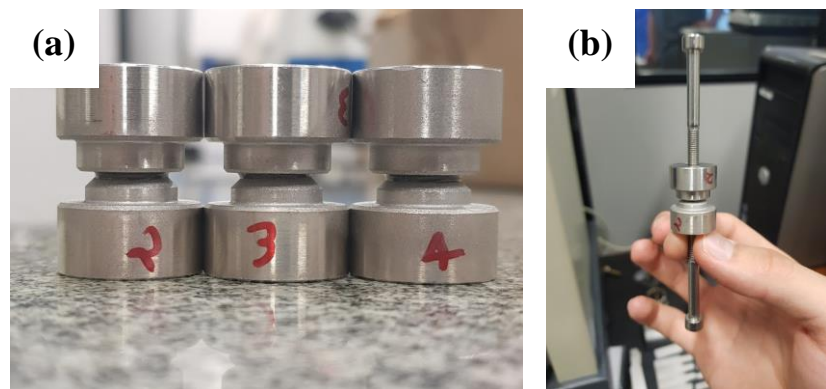


*Figura IV-20: Micrografia das granalhas de vidro utilizadas no jateamento [Fonte: autor].*

A secção colada possui 8mm de diâmetro. As geometrias e método de colagem foram previamente apresentadas na secção Materiais e Métodos. Eles foram pesados antes e depois da colagem com esferas de 50  $\mu\text{m}$  para determinação da quantidade de cola depositada com o aplicador. Dois desses corpos de prova (números 2 e 3) foram rompidos em ensaio de tração uniaxial com deslocamento das garras na taxa de 3mm/minuto. O corpo de prova número 1 foi cortado e embutido para microscopia. A rugosidade média anterior ao jateamento foi medida sendo 0,58 $\mu\text{m}$  Ra e 3,31 $\mu\text{m}$  Rz, passando para 3,01 $\mu\text{m}$  Ra e 17,80 $\mu\text{m}$  Rz. A massa de cola depositada em cada corpo de prova é apresentada na Tabela 3.

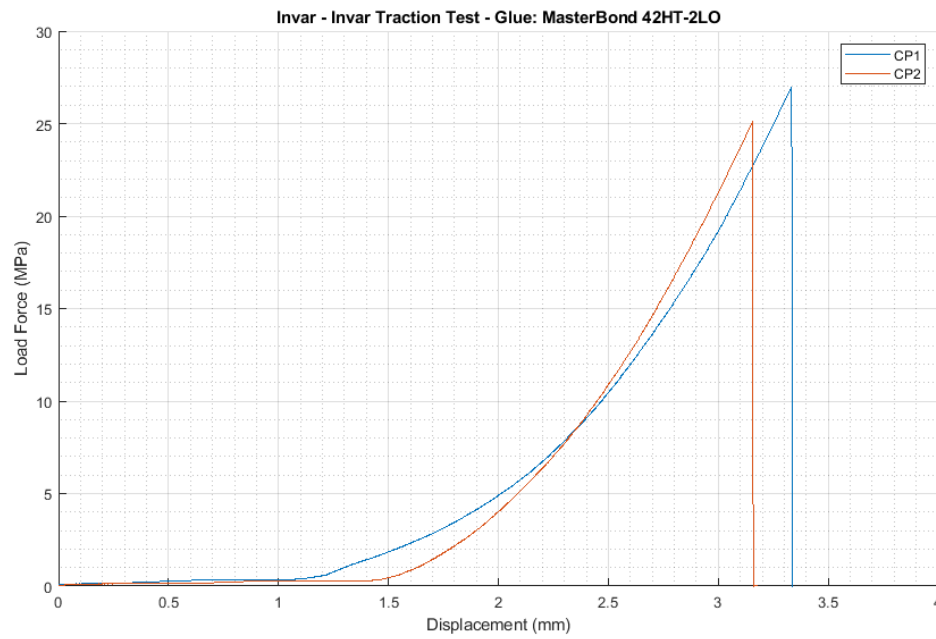
*Tabela 3: Massa de cola utilizada na colagem de cada corpo de prova Invar-Invar.*

Corpo de prova	Massa de cola (mg)
1	25
2	16
3	24
4	19
Média	21
Desvio padrão	3,7



*Figura IV-21: : Corpos de prova colados de 2 a 4 (a) e sistema de parafuso utilizado para fixação nas garras da máquina de ensaio de tração (b) [Fonte: autor].*

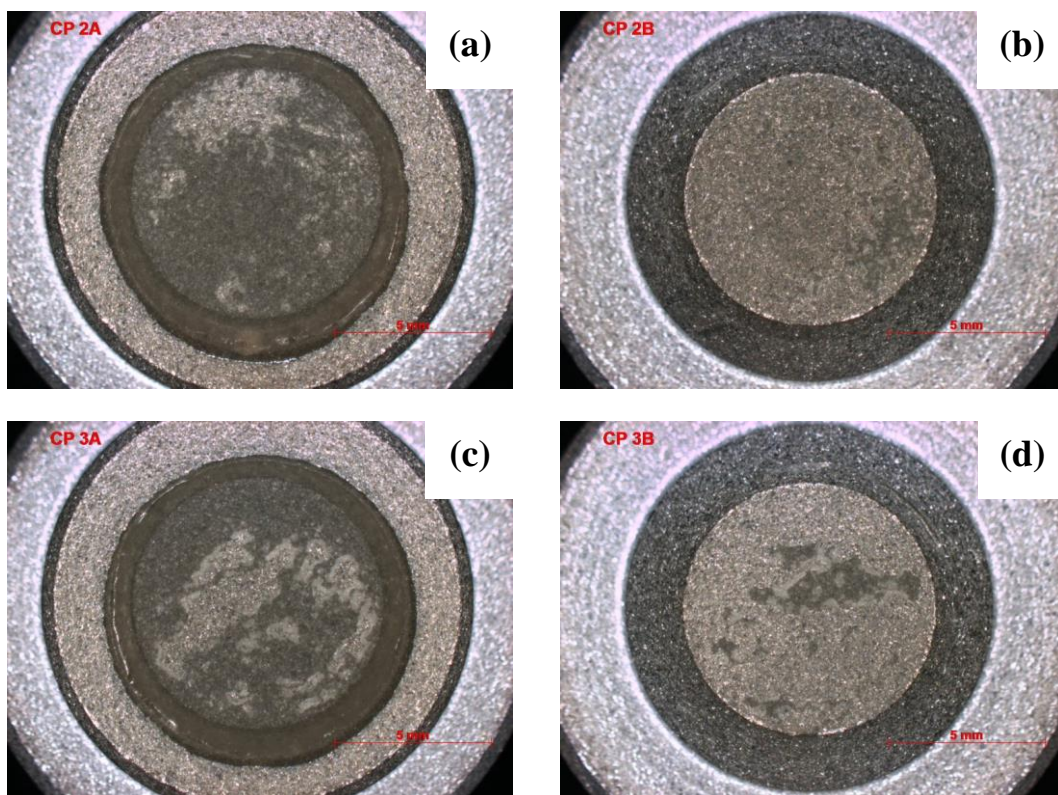
Os corpos de prova foram presos na máquina de tração com o auxílio de parafusos (Figura IV-21). Os dados de deslocamento (Figura IV-22) foram obtidos pela máquina, entre as garras, logo estão sujeitos a folgas e deslizamentos e não podem ser utilizados para cálculo da deformação real da camada de cola.



*Figura IV-22: Curva de Tensão x Deslocamento para 8 corpos de prova de silício e Invar 39 [Fonte: autor].*

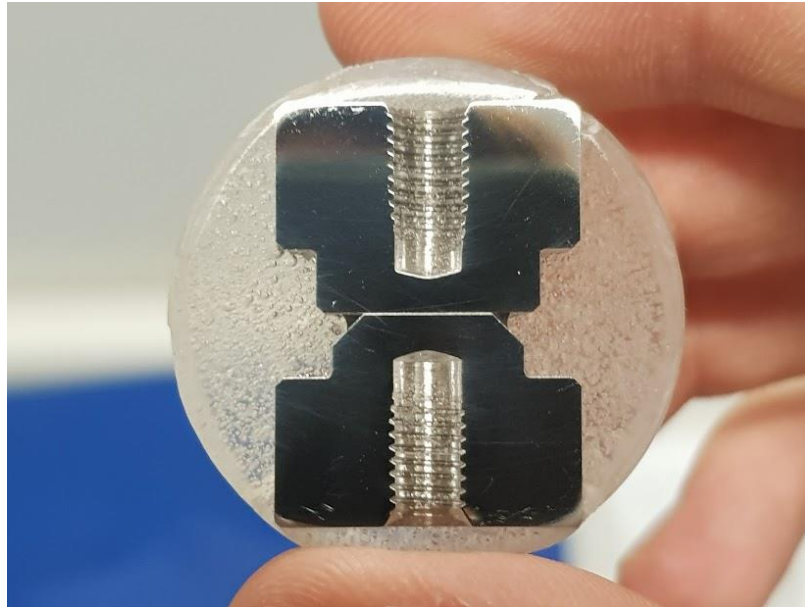
Embora o ensaio compreenda apenas dois corpos de prova, é acredita-se que a adesão entre a resina e o substrato metálico foi superior para o preparo com jateamento quando comparada com os preparos por lixamento e ataque químico. O valor médio obtido foi de 26,03 MPa.

As superfícies das fraturas foram observadas com estereoscópio *Zeiss SteREO Discovery V4* (Figura IV-23).



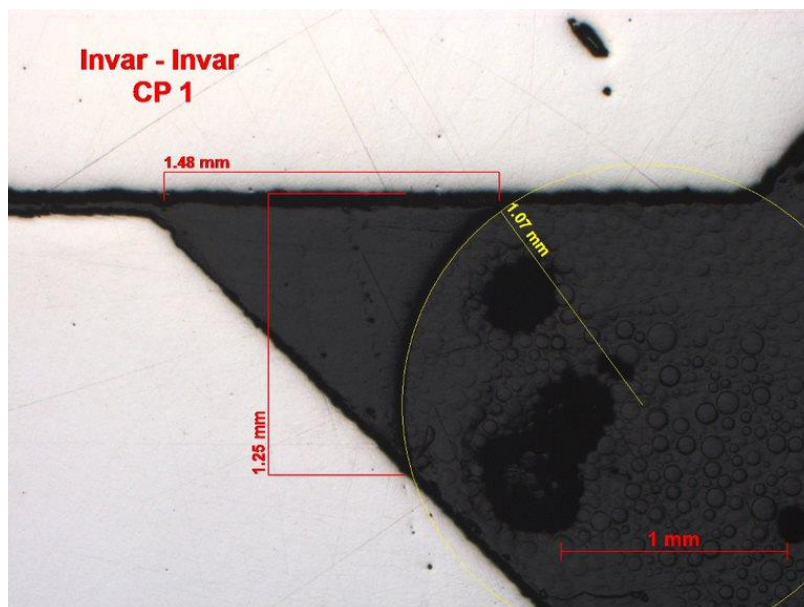
*Figura IV-23: Micrografias óptica das superfícies dos corpos de prova de Invar após o rompimento em tração uniaxial (a até d) [Fonte: autor].*

O corpo de prova de colagem Invar - Invar número 1 foi seccionado e embutido em resina poliéster 15 minutos (Figura IV-24) para medição da camada de cola e da porção de cola residual (menisco), adjacente a união. O procedimento padrão de preparação metalográfica foi realizado até o polimento com pasta de diamante de 9 $\mu$ m. Infelizmente, houve a fratura da união durante o processo de corte e embutimento (Figura III-26).

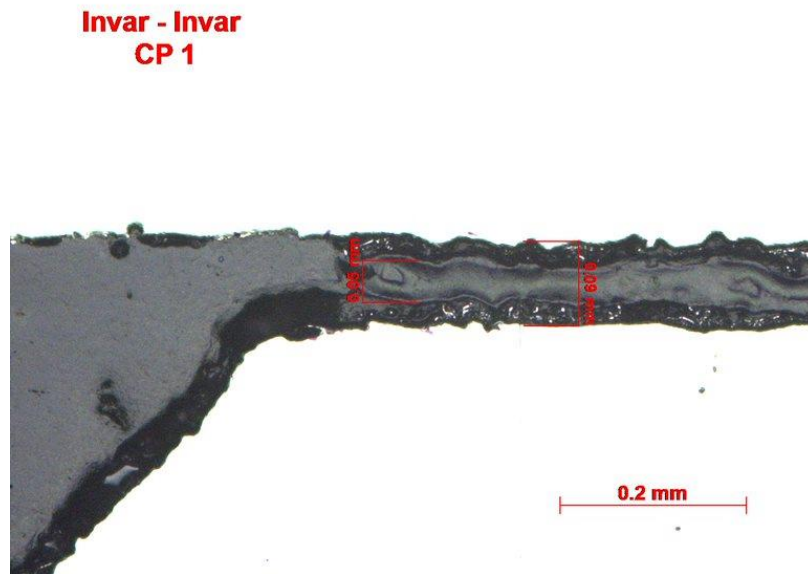


*Figura IV-24: Seção transversal do corpo de prova número 1 embutida em resina poliéster. Polimento até pasta de diamante de 9µm [Fonte: autor].*

O corpo de prova foi observado e fotografado com um microscópio ZeissAXIO Observer Z1m (Figura IV-25). Verificou-se um menisco de aproximadamente 1,5mm de extensão. A quantidade de resina utilizada será reduzida nas próximas colagens. A presença de bolhas é mínima.



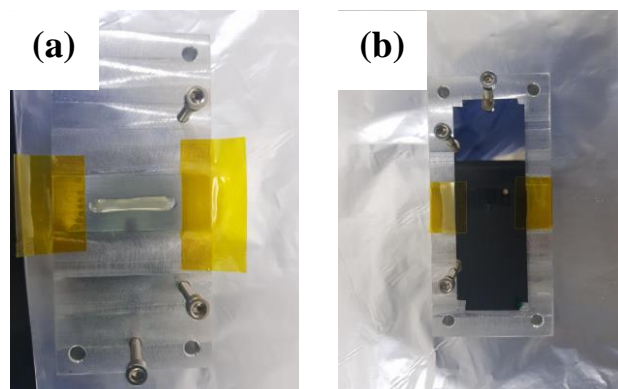
*Figura IV-25: Detalhe do menisco formado e suas dimensões [Fonte: autor].*



*Figura IV-26: Detalhe da fratura da camada de cola entre as duas faces de Invar 39 [Fonte: autor].*

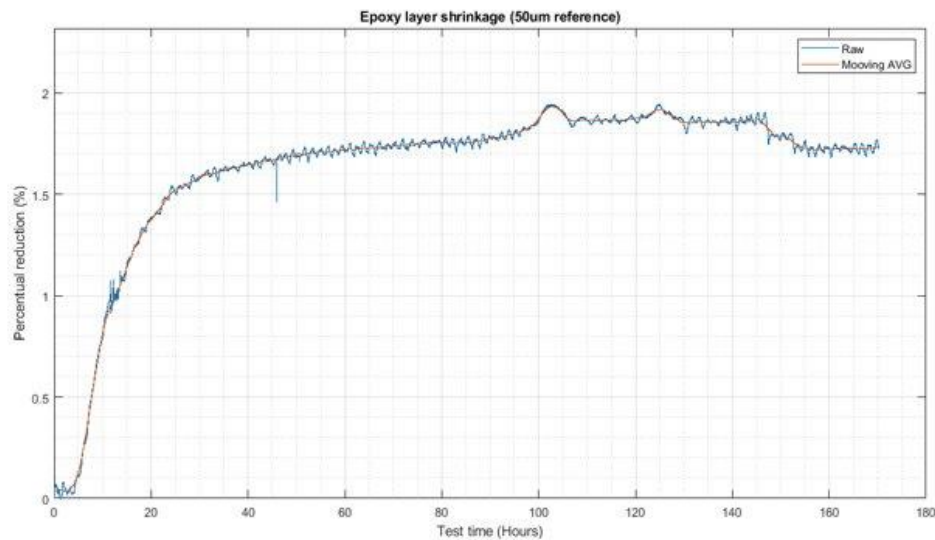
### **Tensões residuais**

Utilizando-se a montagem para sensores capacitivos descrita na secção Materiais e Métodos, foram realizados dois experimentos de encolhimento e medida de deformações de lâminas de vidro aluminizadas (Figura IV-27) com a cola MasterBond 42HT-2LO. As medidas de deslocamento do centro e das extremidades das lâminas, bem como do centro da base de referência foram realizadas em intervalos de 10 segundos. Os experimentos foram realizados em sala limpa com temperatura controlada de  $24^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . O primeiro teste foi realizado por um período de 170 horas.



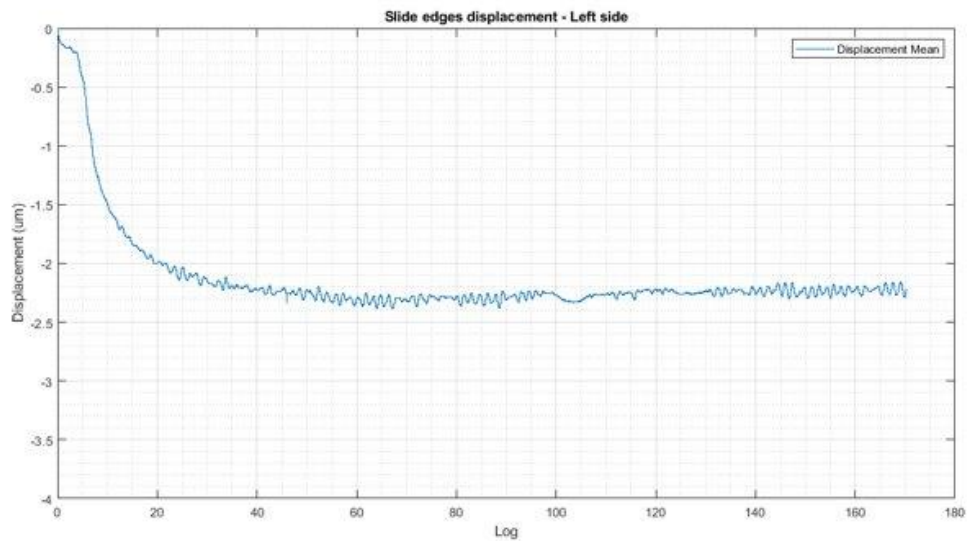
*Figura IV-27: Colagem da lâmina de vidro metalizada utilizada no primeiro teste de medida de deformações (a e b) [Fonte: autor].*

Com a medida do sensor capacitivo central, sobre a camada de cola, corrigida com a medida da base de referência, foi possível medir-se o encolhimento linear (Figura IV-28). Mesmo com as esferas conferindo certa rigidez ao deslocamento da lâmina em relação a base de alumínio, um valor de encolhimento 1,93% em relação a camada de referência de 50 $\mu$ m foi determinado. O encolhimento percentual ao longo do tempo é expresso na Figura IV-28.



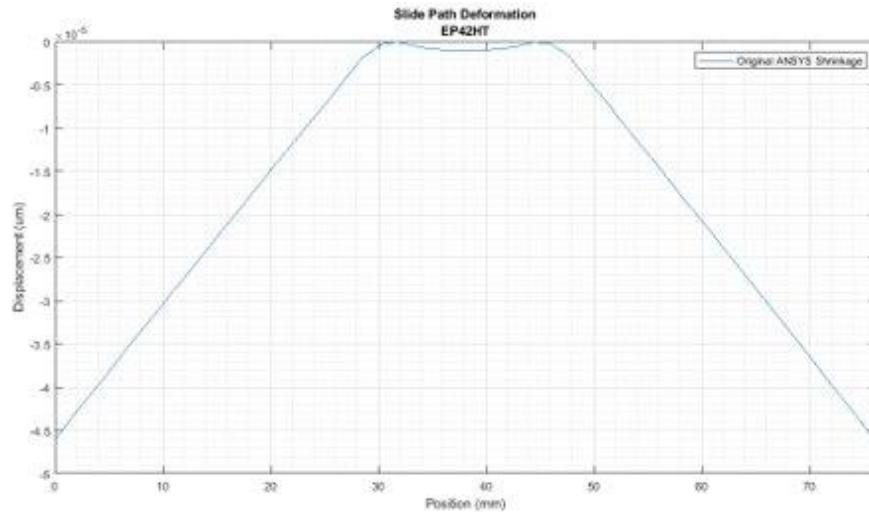
*Figura IV-28: Encolhimento percentual da camada de 50 $\mu$ m de cola MasterBond 42HT-2LO em função do tempo de teste (teste 01) [Fonte: autor].*

Por meio do sensor sobre a extremidade esquerda da lâmina verificou-se um deslocamento de 2,38 $\mu$ m em relação ao seu centro, sobre a cola (Figura IV-29). Esse deslocamento é causado pela deflexão da lâmina devida às tensões residuais da cola que são transmitidas por cisalhamento, como apresentado nos exemplos de simulações na secção de Materiais e Métodos.



*Figura IV-29: Deslocamento relativo da extremidade esquerda da lâmina colada no teste 1 [Fonte: autor].*

A fim de se estimarem as tensões necessárias para causar o deslocamento da extremidade da lâmina, uma simulação de elementos finitos estática estrutural foi realizada no software *ANSYS Mechanical 2019* onde a mesma geometria do teste foi importada. Os materiais utilizados para a base e lâmina foram importados da base de dados do software e são eles “*Aluminium*” e “*Float Glass*”. Um material customizado para a cola foi criado tendo módulo elástico  $E = 2,4\text{GPa}$ , coeficiente de Poisson  $\nu = 0,33$  e coeficiente de expansão térmica linear  $CTE = 1,8\text{ (m/m.K)}$ . A condição de contorno aplicada no último foi carga térmica de  $22^{\circ}\text{C}$  (temperatura padrão) para  $21^{\circ}\text{C}$ , ou seja, foi aplicado uma carga térmica de modo que material pudesse sofrer encolhimento de até 1,8%. O deslocamento de uma linha longitudinal da lâmina foi extraído da simulação, tendo o perfil apresentado na Figura IV-30.

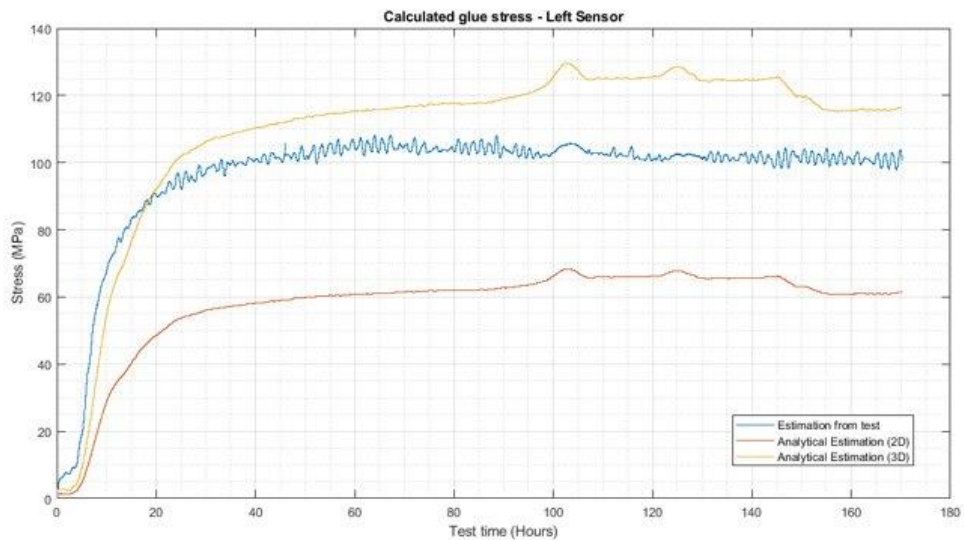


*Figura IV-30: Perfil de deslocamento da lâmina de vidro simulado com elementos finitos [Fonte: autor].*

O deslocamento máximo das extremidades da lâmina foi de  $2,38\mu\text{m}$ . Na base de testes, os sensores capacitivos se encontram a  $5,1\text{mm}$  dessas extremidades, assim, o deslocamento medido a partir da simulação nesses pontos devem ser de  $1,73\mu\text{m}$ . Ou seja, o deslocamento real é maior que o obtido pela simulação.

A tensão (Von Misses) calculada pela simulação é constante na camada de cola e vale  $78,44\text{ MPa}$ . Para a posição dos dois sensores nas extremidades, a razão de estresse e deslocamento é de  $45,341\text{MPa}/\mu\text{m}$ . Essa relação foi verificada sendo praticamente linear. Assim, foi possível estimar a tensão na camada de cola a cada instante do teste pela multiplicação entre deslocamento medido pelo sensor capacitivo e a razão determinada na simulação.

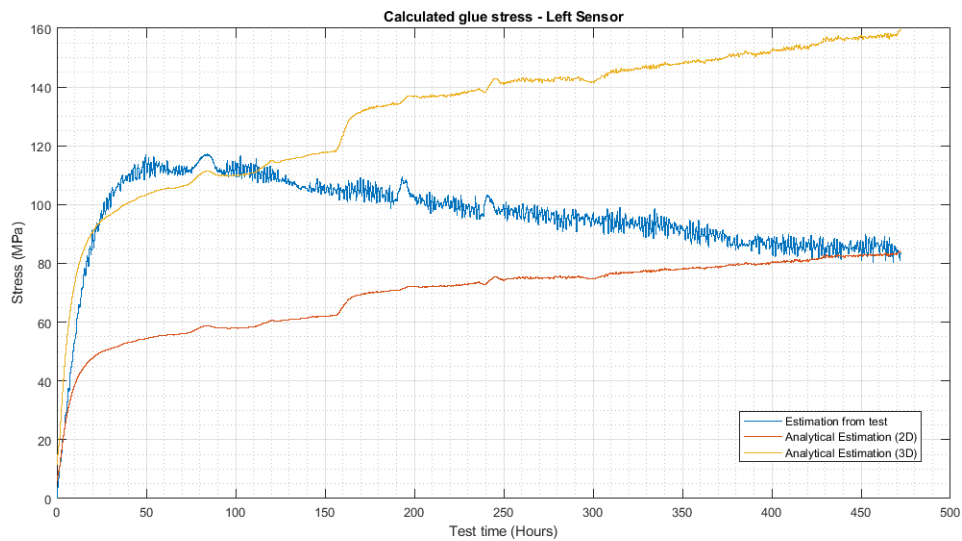
A tensão na camada de cola foi também estimada pela relação analítica apresentada na secção de Materiais e Métodos para tensão em casos de restrição 2D (plano) e 3D (volume) a partir dos valores de encolhimento obtidos pelo sensor capacitivo central. Todas as estimativas foram plotadas na Figura IV-31.



*Figura IV-31: Estimativa de tensões da camada de cola realizadas a partir da correlação com a simulação (azul) e relação analítica 2D e 3D (vermelho e amarelo, respectivamente) para o primeiro teste [Fonte: autor].*

Verificou-se a tensão máxima de cerca de 100MPa a partir da estimativa com base na simulação. Esse valor é superior ao limite de escoamento informado pelo fabricante (82MPa), podendo causar fratura do material. Esse valor é superior à estimativa de restrição 2D, ou seja, as esferas aparentam adicionar rigidez significativa à aproximação da lâmina a base de alumínio, aproximando o caso real de um encolhimento restrito no volume (3D).

Um segundo teste foi realizado, dessa vez por um período de 472 horas a fim de se estudar o alívio dessas tensões (fluência da resina). A maior tensão estimada pela correlação com a simulação foi de 117MPa, 84 horas após a colagem (Figura IV-32). A partir desse instante, houve redução da tensão até o valor de 84MPa quando o teste foi finalizado. Ou seja, houve alívio de 33MPa em 388 horas, representando uma redução de 28,2%. Por outro lado, a camada de resina continuou a encolher, o que leva a uma estimativa exagerada das tensões pelo método analítico.



*Figura IV-32: Estimativa de tensões da camada de cola realizadas a partir da correlação com a simulação (azul) e relação analítica 2D e 3D (vermelho e amarelo respectivamente) para o segundo teste [Fonte: autor].*

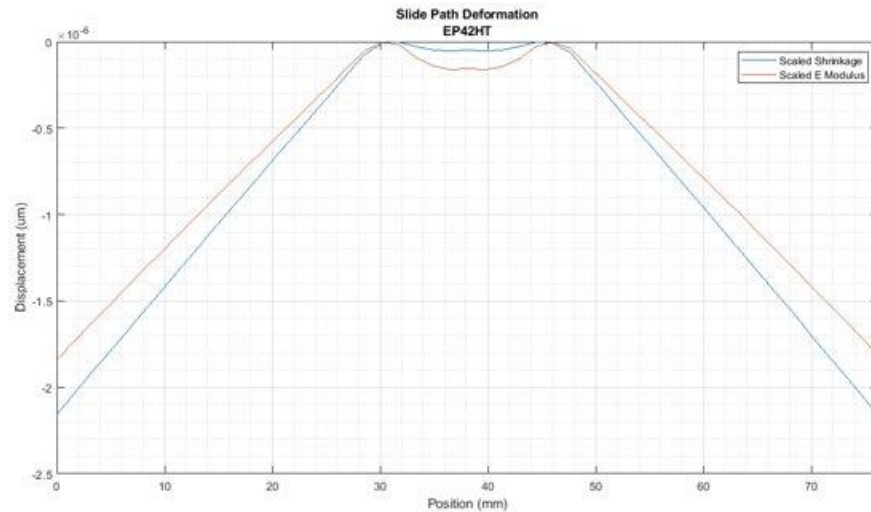
## Simulação

Os dados experimentais obtidos pelo teste de tensões residuais foram utilizados na configuração de um material customizado para simulação com o software ANSYS representando a cola MasterBond 42HT-2LO. Esse material foi dimensionado para que com a aplicação de uma redução de sua temperatura em  $1^{\circ}\text{C}$ , seu encolhimento provocasse níveis de tensão compatíveis com os estimados empiricamente. Para tal, duas abordagens foram testadas: Escalonar o módulo elástico do material ou seu encolhimento linear.

O deslocamento da extremidade medido no teste 01 com um sensor capacitivo foi de  $2,38\mu\text{m}$ , já a simulação considerando material com  $E = 2,4\text{GPa}$  (datasheet) e encolhimento de 1,8% (experimental), com  $\nu = 0,33$  (estimativa) resulta em um deslocamento com  $1,73\mu\text{m}$  como apresentado anteriormente. A razão do valor real sobre o simulado é de 1,3796. Escalando o módulo elástico e o encolhimento tem-se:

- Novo  $E = 2400 * 1,3796 = 3311 \text{ (MPa)}$
- Novo encolhimento  $\beta = 0,018 * 1,3796 = 0.0248 \text{ (ad)}$

Duas novas simulações foram realizadas com dois novos materiais, um para cada parâmetro novo. O deslocamento da linha longitudinal da lâmina foi expresso na Figura IV-33.



*Figura IV-33: Perfis de deslocamento para simulação com novo valor de encolhimento (azul) e de módulo elástico (vermelho) [Fonte: autor].*

Ao se escalar o valor do encolhimento, a deformação esperada na posição do sensor determinada pela simulação é de  $1,78\mu\text{m}$  e resulta no valor mais próximo do medido ( $1,73\mu\text{m}$ ), tendo uma diferença de apenas 2,9%. A diferença entre a escala dos dois parâmetros provavelmente se deve ao comportamento dos elementos próximos as descontinuidades da camada de cola na simulação. Logo, o material a ser utilizado nas simulações para resultados mais próximos dos medidos, para o caso de tensão máxima (desconsiderando seu alívio com o tempo) possui:

- $E = 2,4\text{GPa}$ ;
- $\nu = 0,33$  (ad);
- Encolhimento  $\beta = 0.0248$  (ad);

Vale ressaltar que camadas de cola de diferentes espessuras ou proporção de esferas podem resultar em diferentes tensões residuais (esferas de  $50\mu\text{m}$  na proporção mássica de 1%). Essas tensões foram estimadas para uma geometria diferente da real (superfície quadrada de  $25 \times 10\text{mm}$  contra superfície circular de  $8\text{mm}$  de diâmetro na base dos espelhos KB) e podem não ser a melhor representação da condição final. De todo modo, o teste se mostrou viável para estimativa dos parâmetros da cola ao produzir resultados análogos aos observados empiricamente quando comparados com as simulações do mesmo experimento. Esses mesmos parâmetros foram então utilizados para a estimativa por simulação por elementos finitos das deformações máximas nos espelhos reais.

Utilizando-se o material dimensionado para representar a camada de cola de 50 $\mu$ m a partir de resultados experimentais como apresentado anteriormente, simulações foram feitas para os espelhos KB das estações experimentais Tarumã, da linha de luz Carnaúba.

As propriedades dos materiais utilizados são apresentadas na Tabela 4.

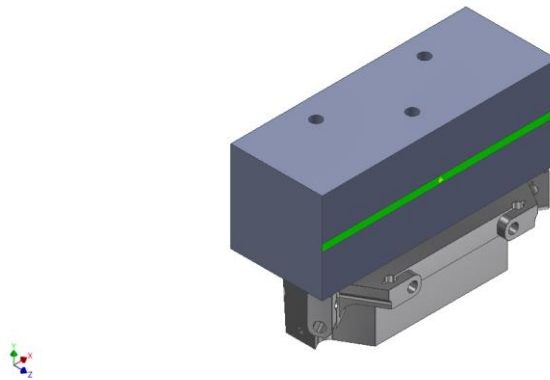
*Tabela 4: Principais propriedades dos materiais utilizados nas simulações*

Material	Módulo elástico (GPa)	Poisson	CTE (%)
Invar 36	148	0,3	0
Silício	112	0,28	0
42HT-2LO	2,4	0,33	2,48

- Espelho KB HFM - Tarumã

A fim de se estudarem as deformações da superfície óptica do espelho focalizado horizontal (HFM) da estação experimental Tarumã (Figura IV-34), para a linha de luz Carnaúba, uma simulação estática estrutural foi realizada no software ANSYS 2019 (Figura IV-35). Para tal, foi utilizado o desenho da base real que será fabricada em Invar 37. O espelho HFM possui três pontos de fixação de 8mm de diâmetro em uma mesma superfície. A camada de adesivo a ser utilizada é de 50 $\mu$ m.

O encolhimento da resina epóxi foi simulado com uma condição térmica de redução de temperatura de 1°C no material determinado anteriormente, corrigido com os valores obtidos experimentalmente com as lâminas de vidro.



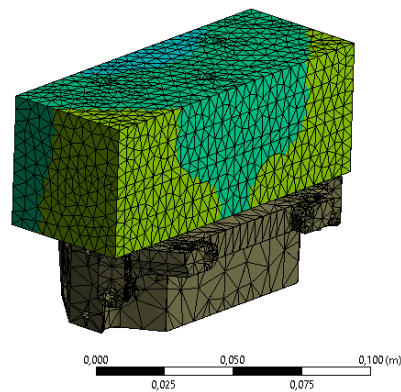
*Figura IV-34: Geometria simulada – Espelho HFM de silício e base de Invar 37. Região de polimento óptico na superfície óptica representada em verde [Fonte: autor].*

Alguns parâmetros de simulação são:

- Material espelho: Silício
- Material base: Invar 36
- Material cola: 42HT-2LO corrigida experimentalmente
- Elemento espelho: 5e-3m
- Elemento face colada do espelho: 2e-3m
- Elemento cola: 1e-4m
- Elemento base: Automático
- Grandes deformações: Sim

A: HFM Taruma w/ HFF  
Total Deformation  
Type: Total Deformation  
Unit: m  
Time: 1  
Custom Obsolete  
Max: 2,5303e-6  
Min: 0  
29/11/2019 11:04

2,4665e-6  
2,4647e-6  
2,4629e-6  
2,461e-6  
2,4592e-6  
2,4573e-6  
2,4555e-6  
2,4537e-6  
2,4518e-6  
2,45e-6



*Figura IV-35: Conjunto de espelho HFM de silício e base de Invar 37 simulados para encolhimento da camada de cola. Deformação do espelho de silício [Fonte: autor].*

A deformação da linha do feixe na direção normal à superfície óptica foi quantificada com o uso de uma geometria *Path* (Figura IV-36). Seus valores foram exportados para análise com o Matlab (Figura IV-37).

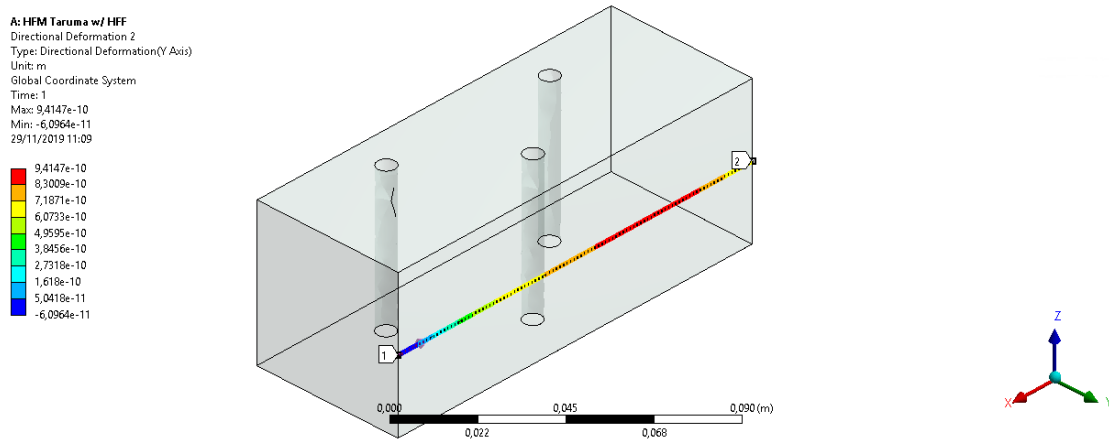


Figura IV-36: Perfil de deformação na linha do feixe na superfície óptica causada pela contração da cola durante sua cura [Fonte: autor].

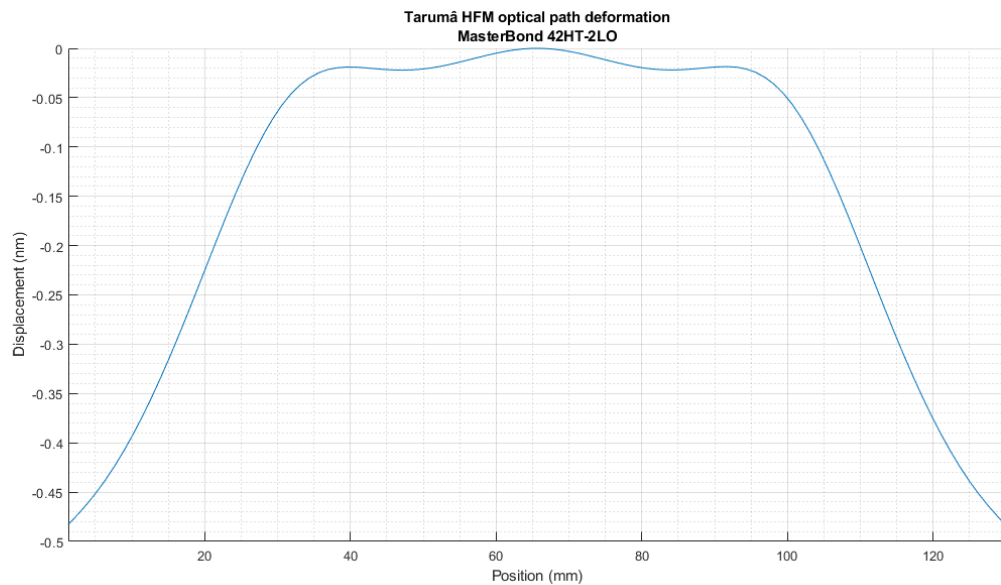


Figura IV-37: Perfil de deformação da superfície óptica na linha do feixe obtido por simulação para o espelho KB HFM Tarumã [Fonte: autor].

Tensões de aproximadamente 1,2 MPa (Von Misses) ocorrem no centro das superfícies coladas tanto do espelho de silício quanto da base de Invar (Figura IV-38).

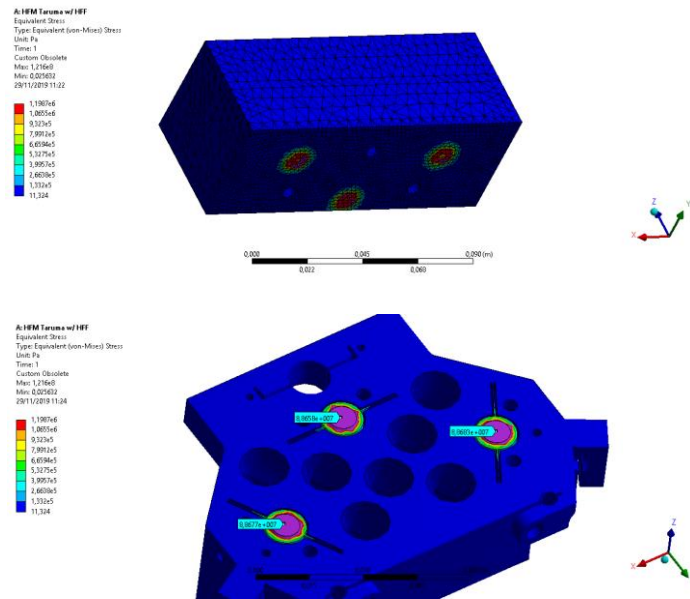


Figura IV-38: Tensões (Von Misses) presentes no espelho de silício e na base de Invar [Fonte: autor].

- Espelho KB VFM - Tarumã

O mesmo procedimento da simulação anterior foi realizado para a montagem do espelho KB focalizador vertical (VFM) da estação experimental tarumã. Os mesmos parâmetros foram utilizados no ambiente *Mechanical Workbench* do software ANSYS (Figura IV-39).

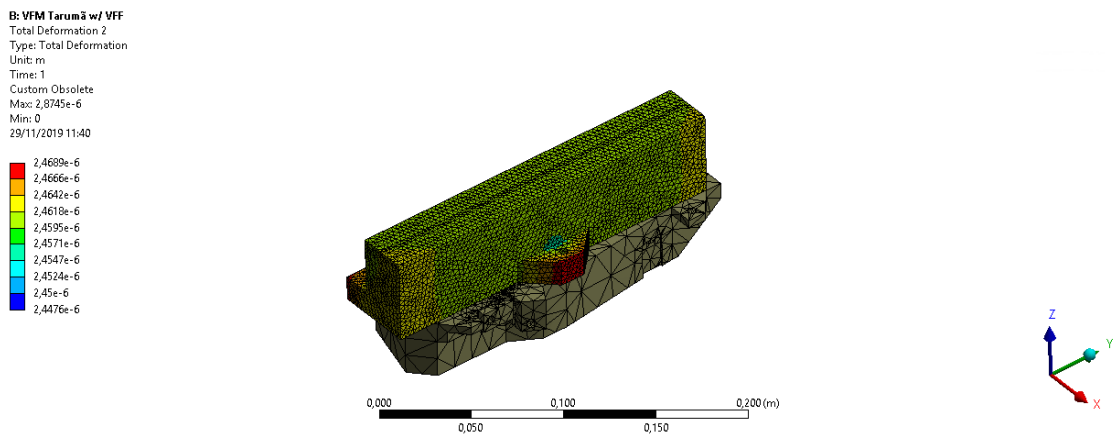
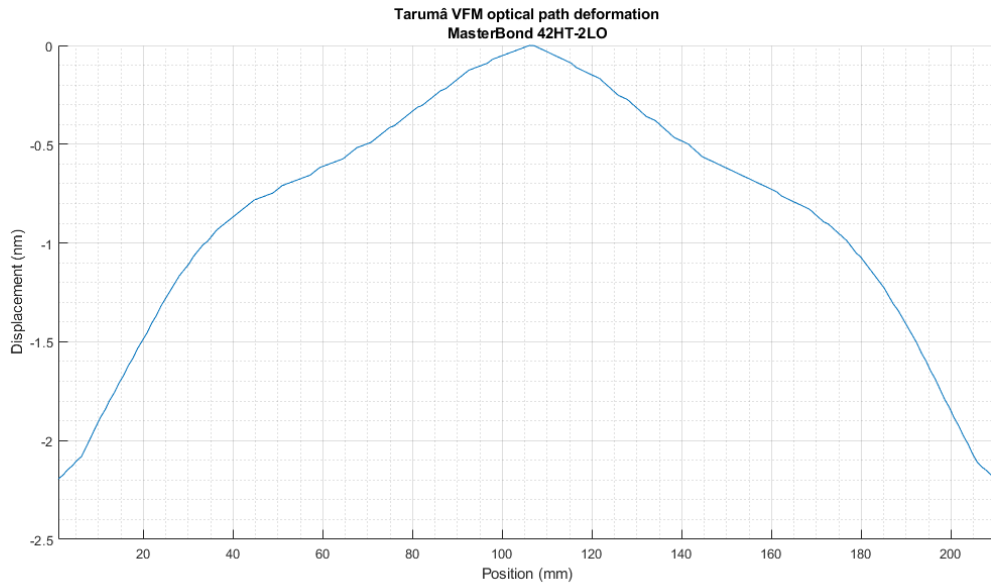


Figura IV-39: Conjunto de espelho HFM de silício e base de Invar 37 simulados para encolhimento da camada de cola. Deformação do espelho de silício [Fonte: autor].

O deslocamento vertical da linha do feixe na superfície óptica foi medida com uma geometria *Path* e seus valores foram exportados para a mesma análise no Matlab (Figura IV-40).



*Figura IV-40: Perfil de deformação da superfície óptica na linha do feixe obtido por simulação para o espelho KB VFM Tarumã [Fonte: autor].*

Para esse espelho, a amplitude do deslocamento é relativamente maior, tendo amplitude máxima de 2,3nm.

Os efeitos do perfil de deformação das superfícies ópticas do espelho VFM, com maior deformação, sobre a qualidade do foco final da estação experimental Tarumã foram determinados através de simulações com o software SRW (*Synchrotron Radiation Workshop*) (O. CHUBAR, 1997) pelo grupo de Óptica (OPT) do LNLS. Devido a deformação ainda menor do HFM, esse não foi simulado.

O perfil em corte no plano do foco, considerando um fluxo de 100mA, em  $8\text{keV} \pm 4\text{eV}$  do fluxo integrado por 1 segundo para os casos sem e com a deformação no espelho são apresentados nas figuras Figura IV-41 e Figura IV-42, respectivamente, e em escala absoluta (a) e logarítmica (b).

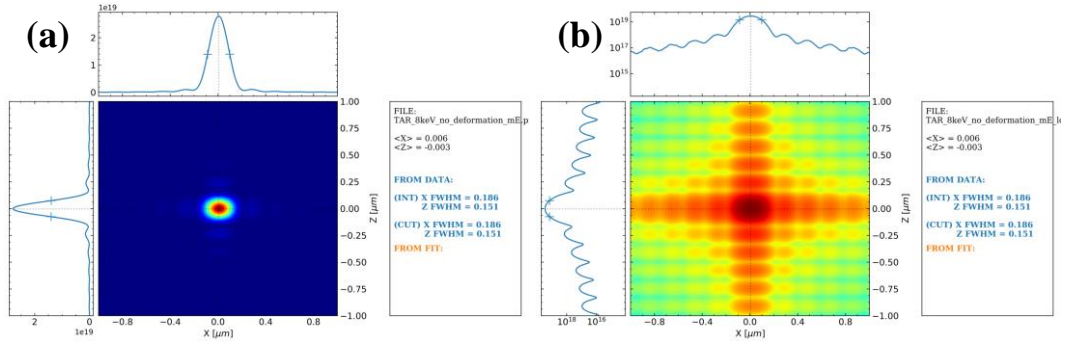


Figura IV-41: Perfil de intensidade no foco da estação Tarumã sem considerar a deformação adicional da colagem do espelho VFM [Fonte: autor].

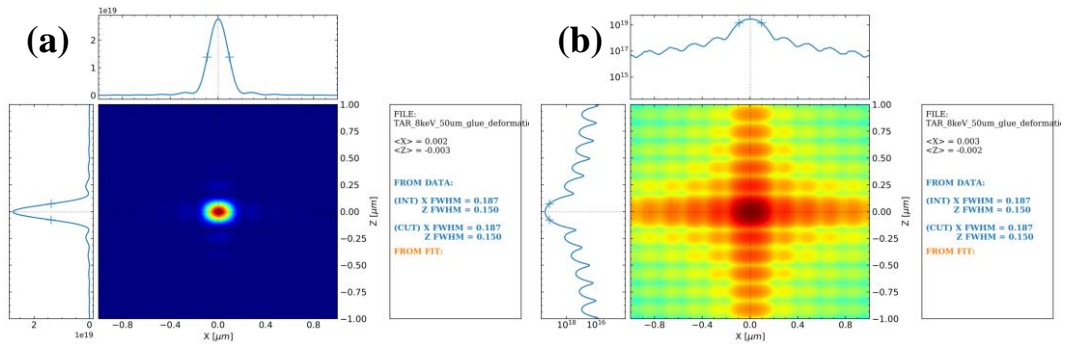
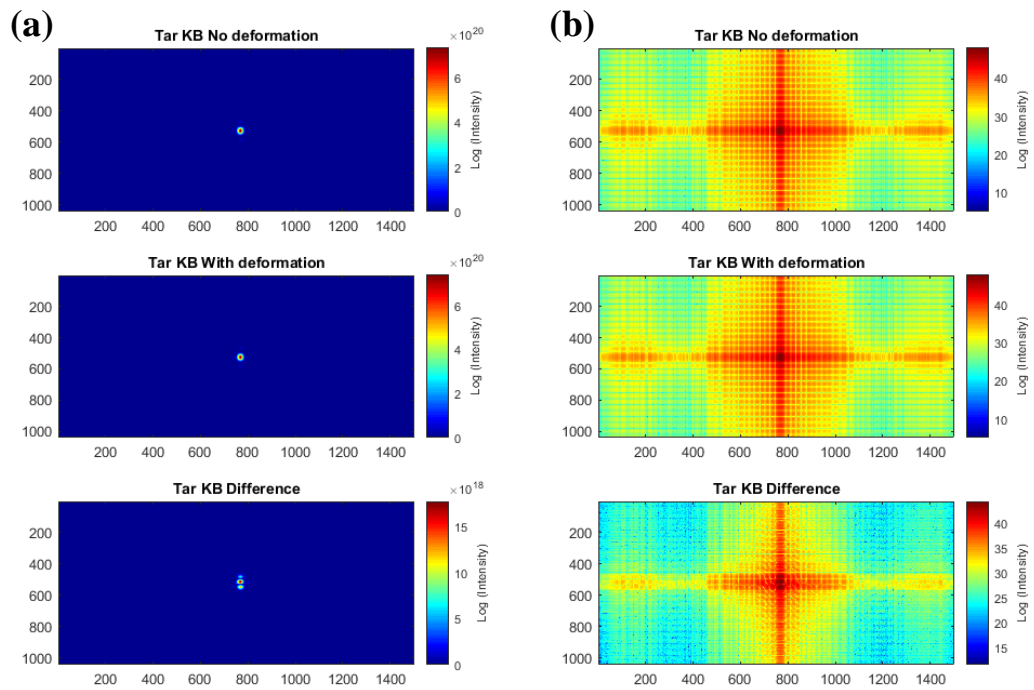


Figura IV-42: Perfil de intensidade no foco da estação Tarumã considerando a deformação adicional da colagem do espelho VFM [Fonte: autor].

A fim de se visualizarem as diferenças na intensidade e formato do foco introduzidas pelas deformações induzidas pelas tensões residuais da cura da cola, o perfil sem deformação foi subtraído do com o efeito das deformações e apresentado na Figura IV-43.

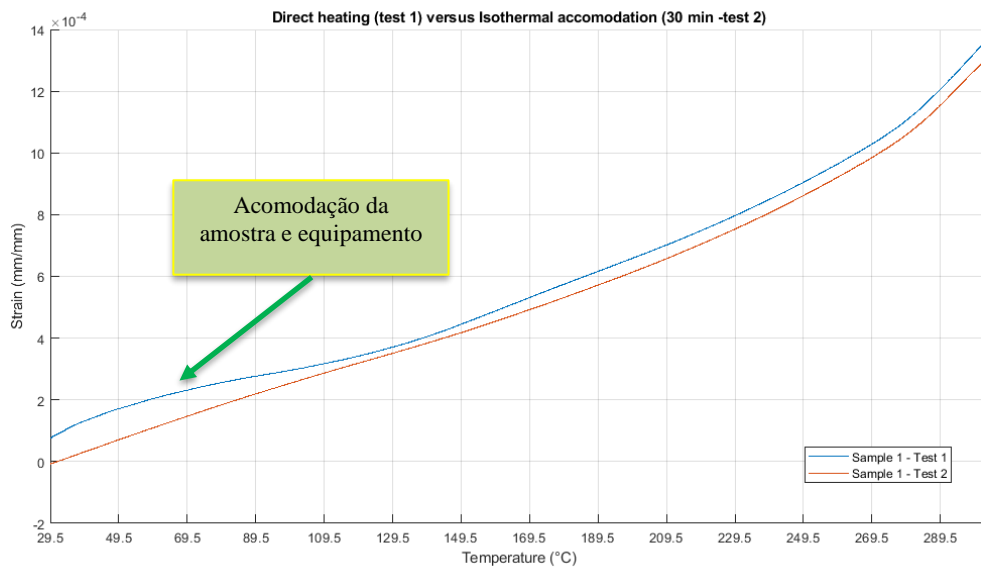


*Figura IV-43: Diferenças dos perfis de intensidade no foco para os casos com e sem deformação em escala absoluta (a) e logarítmica respectivamente (b). Cada pixel possui  $9 \times 4 \text{ nm}^2$ . [Fonte: autor].*

Embora a diferença entre os casos com e sem deformações seja visível, essa diferença representa cerca de 1% da intensidade do caso sem deformações, logo, para essas condições de energia e deformação do VFM da estação Tarumã, as deformações do espelho são consideradas desprezíveis.

## Dilatometria Linear

A primeira amostra a ser testada foi uma de Invar 39 usinada a partir do tarugo fornecido pelo Grupo Metal. O primeiro teste foi conduzido utilizando aquecimento direto a  $5^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$  até  $300^{\circ}\text{C}$  com purga de argônio a  $50\text{ ml}/\text{minuto}$ . De imediato, verificou-se que as medidas de deformação apresentavam uma inconformidade no início do aquecimento. A hipótese de que a amostra e a câmara de alumina sofriam acomodação e influenciava nas medidas foi testada medindo a amostra novamente, porém aplicando um platô isotérmico a  $28^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos. De fato, com a segunda condição de ensaio os sinais de acomodação desapareceram (Figura IV-44).



*Figura IV-44: Gráfico Deformação versus Temperatura para amostra 01 de Invar 39 nas condições sem (Test 1) e com (Test 2) platô isotérmico no início do teste [Fonte: autor].*

A condição do ensaio com a aplicação de uma isoterma inicial foi dada como satisfatória. As amostras de Invar 39 (Figura IV-45) e Invar 36 (Figura IV-46) foram testadas nas mesmas condições. Os resultados foram analisados entre  $29^{\circ}\text{C}$  e  $300^{\circ}\text{C}$  e os coeficientes de expansão térmica linear foram determinados tanto para uma faixa de temperatura quanto pela derivada do polinômio interpolador ( $3^{\text{a}}$  ordem). A norma ASTM B753 especifica faixas de CTE em diferentes faixas de temperatura para as ligas Invar de diferentes composições, sendo a entre  $25^{\circ}\text{C}$  e  $93^{\circ}\text{C}$  a dada à temperatura da aplicação da liga no Sirius de  $24^{\circ}\text{C}$ . Por outro lado, não é possível analisar os materiais nessa faixa devido a seleção da isoterma a  $28^{\circ}\text{C}$ . Assim, os valores foram calculados na faixa de  $30$  a  $93^{\circ}\text{C}$ , ignorando os primeiros  $2^{\circ}\text{C}$  de aquecimento. No caso

dos valores obtidos pela derivada do polinômio interpolador, o CTE foi calculado para a temperatura mediana da faixa escolhida (61,5°C). O CTE também foi calculado para a faixa de 32°C a 38°C, tendo temperatura média de 35°C e esse foi o valor utilizado para comparação com o silício. Essa faixa foi escolhida para uma representação mais próxima do CTE instantâneo, ao mesmo tempo que minimiza efeitos de ruído de medida.

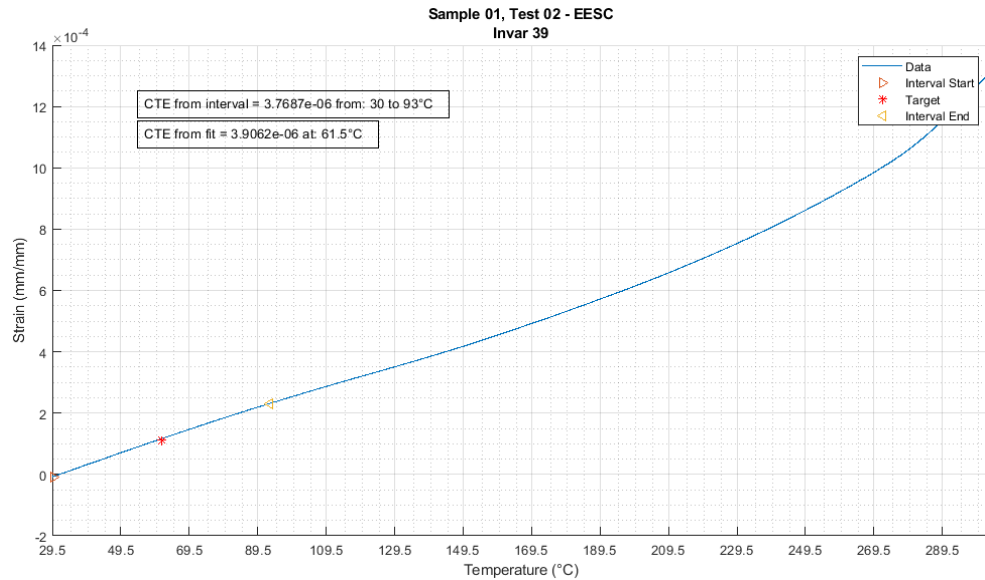


Figura IV-45: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 39 [Fonte: autor].

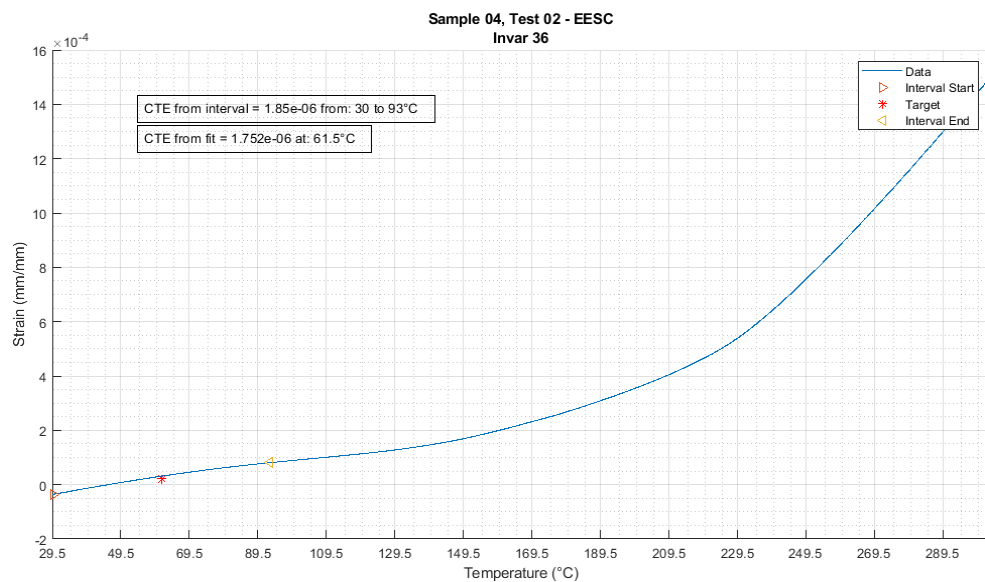


Figura IV-46: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 36 [Fonte: autor].

Para as faixas de temperaturas de interesse, teve-se a Tabela 5.

*Tabela 5: Tabela preliminar de CTE para Invar 39 e 36.*

Corpo de prova	Liga	Intervalo 30°C a 93°C	Intervalo 32°C a 38°C	Interpolação 61,5°C
1	Invar 39	3,77	3,89	3,91
2	Invar 36	1,85	2,31	1,75

O CTE do silício (Si) não foi medido experimentalmente, porém a literatura para esse tipo de informação é bem ampla e fontes como o NIST disponibilizam funções interpoladoras para cálculo desses valores em diferentes temperaturas. Para o Si puro monocristalino, tem-se a função (NIST):

$$\begin{aligned}
 \alpha = & \left\{ \left( 4.8 * 10^{-5} x^3 + (ax^5 + bx^{5.5} + cx^6 + dx^{6.5} + ex^7) \left( \frac{1 + \operatorname{erf}(x - 15)}{2} \right) \right) \left( \frac{1 - \operatorname{erf}(0.2(x - 52))}{2} \right) \right. \\
 & + \left( (-47.6 + f(x - 76)^2 + g(x - 76)^3 + h(x - 76)^9) \left( \frac{1 + \operatorname{erf}(0.2(x - 52))}{2} \right) \right) \left( \frac{1 - \operatorname{erf}(0.1(x - 200))}{2} \right) \\
 & \left. + \left( (i + j/x + k/x^2 + l/x^3) \left( \frac{1 + \operatorname{erf}(0.1(x - 200))}{2} \right) \right) \right\} (10^{-8} / K)
 \end{aligned}
 \tag{21}$$

Com  $\alpha$  o CTE em ( $10^{-8}/K$ ) e os coeficientes na Tabela 6.

Tabela 6: Coeficientes para interpolação do CTE do Si (*NIST*).

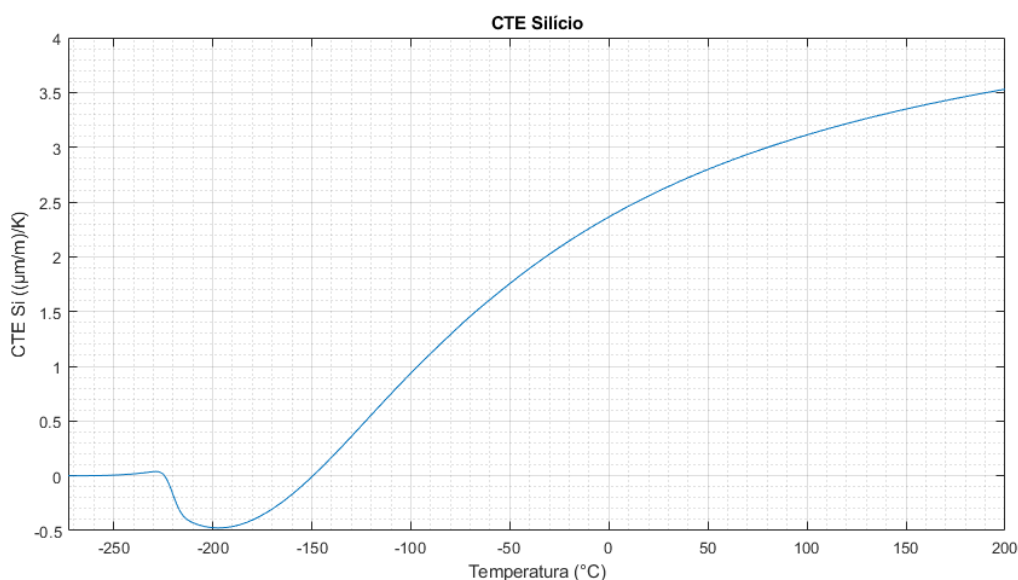
A	1.00500E-05
B	-5.99688E-06
C	1.25574E-06
D	-1.12086E-07
E	3.63225E-09
F	2.67708E-02
G	-1.22829E-04
H	1.62544E-18
I	4.72374E+02
J	-3.58796E+04
K	-1.24191E+07
L	1.25972E+09

E a função erro (NIST):

$$erf(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \int_0^x e^{-t^2} dt \quad (22)$$

Essa aproximação é válida para a faixa de temperatura de 0 a 300K, com erro de  $3 \cdot 10^{-4}$  ( $\mu\text{m/m}$ )/K para  $T < 50\text{K}$  e  $5 \cdot 10^{-3}$  ( $\mu\text{m/m}$ )/K para  $T > 50\text{K}$  (NIST).

Plotando os valores de CTE convertidos para ( $\mu\text{m/m}$ )/K para temperaturas de -273 a 200°C temos o gráfico na Figura IV-47.



*Figura IV-47: CTE do Si entre -273 e 200°C [Fonte: autor].*

Com essa interpolação, o CTE do silício vale 2,68 ( $\mu\text{m/m}$ )/K em 35°C. Esse valor é mais próximo do CTE da mediana do intervalo de 32 a 38°C do Invar 36 que vale 2,31 ( $\mu\text{m/m}$ )/K que do Invar 39 de 3,89 ( $\mu\text{m/m}$ )/K. Dessa forma, dentro dos limites da análise, ficou claro que o Invar 39 fornecido pelo grupo metal não era melhor que o Invar 36. Assim, decidiu-se refundir a liga para um valor menor de níquel, na expectativa de se reduzir o CTE do material.

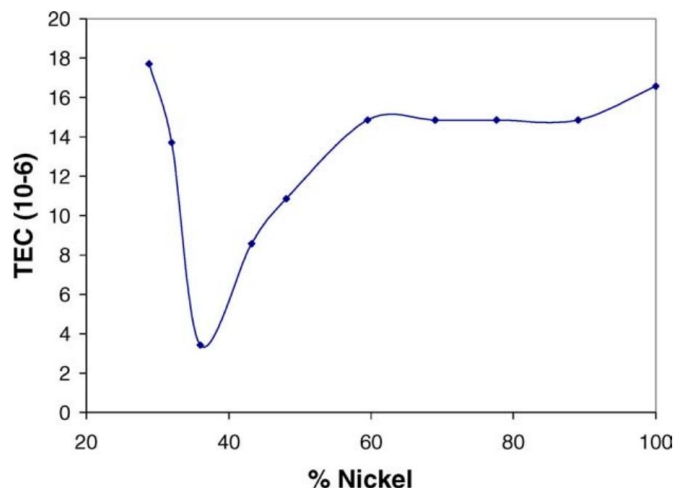
A fim de se determinar a real concentração dos constituintes no Invar 39, uma análise química por espectroscopia de emissão foi realizada. A Tabela 7 resume a média de 20 medições.

*Tabela 7: Análise química da amostra de Invar 39.*

Liga	Fe (%)	Ni (%)	C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Co (%)
Invar 39	Complemento	39,5	0,02	0,2	0,16	0,016	0,002	0,15	0,055

A composição da amostra de Invar 36 não foi medida.

O CTE em temperatura ambiente (24°C) em função da concentração de níquel é aproximado por:



*Figura IV-48: CTE do invar em relação a concentração de níquel (HALLORAN, 2004).*

Foi adotado que a variação do CTE com a concentração de níquel é aproximadamente linear entre 36% Ni e 39% Ni. Como a liga Invar 36 não foi medida, foi adotado que a concentração de níquel era a nominal de exatos 36%, já a concentração de Ni para o Invar 39 foi medida valendo 39,5%. Desse modo, para obtenção de uma liga com CTE de 2,68 (μm/m)/K em 35°C, a concentração de Ni obtida por interpolação linear deveria ser de 36,82%. Após acordo com o fornecedor do material, optou-se por refundir o lote de 300Kg para uma liga com 37% de Ni e 63% Fe, no que pode ser chamado de “Invar 37”, embora a norma ASTM B753 não considere esse material. Pela interpolação linear dos dados dos testes, uma liga Invar 37 ± 0,5% Ni deveria apresentar CTE de 2,76 ± 0,23 (μm/m)/K.

Três corpos de prova da nova liga foram fabricados de acordo com a norma ASTM E831 e testados no dilatômetro NETZSCH 402 com isoterma em 28°C por 30 minutos e aquecimento de 5°C/minuto até 300°C com purga de argônio. O ensaio de um deles é apresentado na Figura IV-49. Todos os resultados são expressos na Tabela 8.

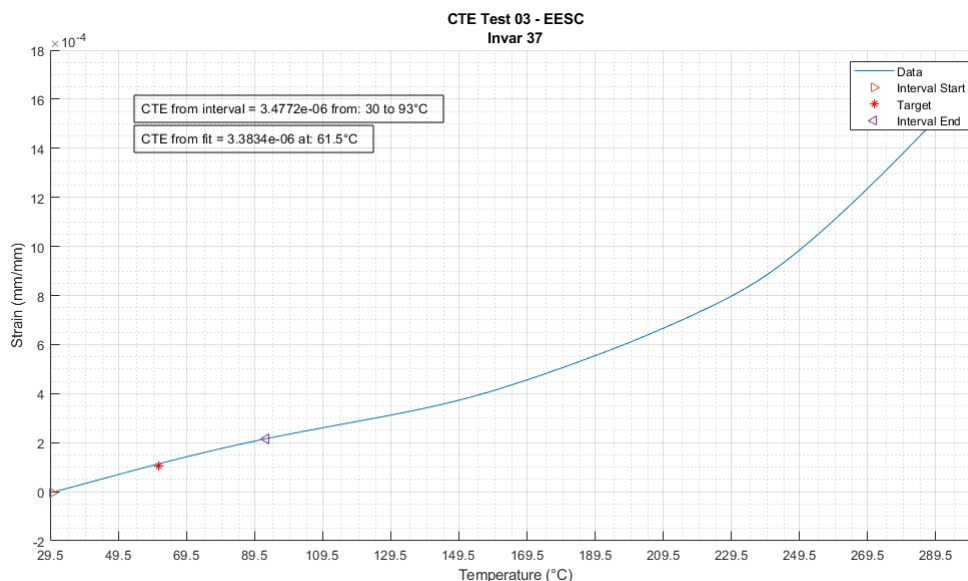


Figura IV-49: Gráfico de deformação por temperatura para liga Invar 37.

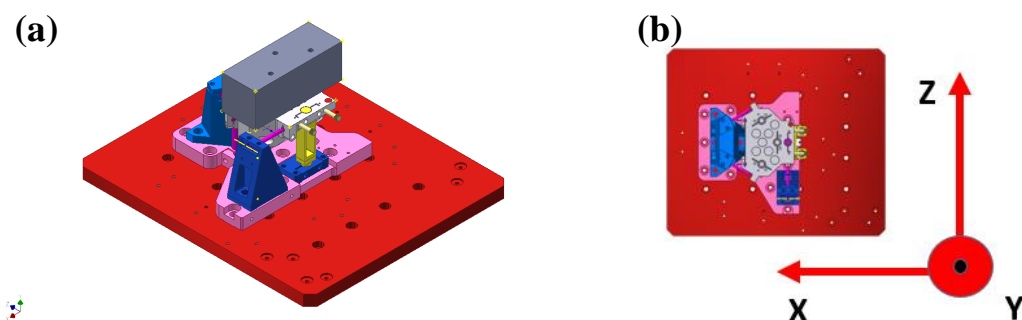
Tabela 8: Valores de CTE determinados para as três ligas Invar [Fonte: autor].

CORPO DE PROVA	LIGA	INTERVALO 30°C A 93°C	INTERVALO 32°C A 38°C	INTERPOLAÇÃO 61,5°C
1	Invar 39	3,77	3,89	3,91
2	Invar 36	1,85	2,31	1,75
3	Invar 37	3,48	3,12	3,38

A composição química da liga final Invar 37 não foi testada. Seu CTE em 35°C considerando variação de  $\pm 0,5\%$  Ni deve deveria ser de  $2,76 \pm 0,23$  ( $\mu\text{m/m}$ )/K, ou seja, entre 2,76 e 2,99 ( $\mu\text{m/m}$ )/K. O resultado real de 3,12 ( $\mu\text{m/m}$ )/K mostrou-se próximo do limite superior projetado. Esse valor é o mais próximo que se obteve até aqui em relação ao calculado para o silício, de 2,68 ( $\mu\text{m/m}$ )/K, onde a diferença de 0,44 ( $\mu\text{m/m}$ )/K representa 16% do objetivo e foi considerada desprezível para o projeto. Não foi possível calcular as incertezas de medição.

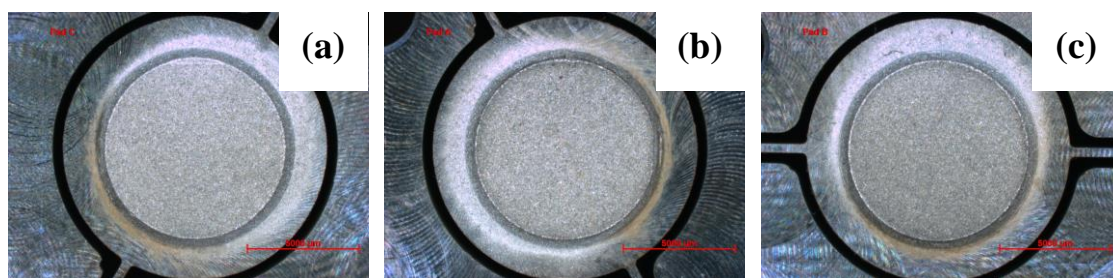
### Análise em frequência

A fim de se validar o procedimento de fixação, caracterizar a interface resultante e determinar a rigidez do sistema, um protótipo do sistema de fixação do espelho HFM Tarumã (Figura IV-50) foi fabricado e um espelho “dummy” de alumínio foi colado na base de AISI 304 com a cola Masterbond 42HT-2LO, como descrito na secção materiais e métodos.



*Figura IV-50: CAD do protótipo HFM Tarumã fabricado (a) e sistema de coordenadas adotado (b) [Fonte: autor].*

Os três pontos de apoio da base cinemática foram jateados com granalhas de vidro idênticas às descritas na seção “Ensaio de tração - Invar – Invar” (Figura IV-51). Uma máscara de acrílico foi fabricada por corte a laser e utilizada para evitar que qualquer área fora das superfícies de colagem sofresse impacto das granalhas.



*Figura IV-51: Superfícies de colagem na base de AISI 304 (a até c). Cada interface possui 8mm de diâmetro [Fonte: autor].*

O ensaio modal (análise em frequência) foi realizado com o intuito de se caracterizar a rigidez resultante do acoplamento do protótipo de espelho de alumínio com sua base de AISI 304. Todos os ensaios foram realizados com o mesmo ponto de impacto, mantendo a força inicial próxima a 200N e variando-se a posição do acelerômetro de três eixos nos pontos descritos (Figura IV-52). Os ensaios foram realizados sobre uma mesa óptica com desacoplamento do piso garantido por pés de ar (*air pads*).

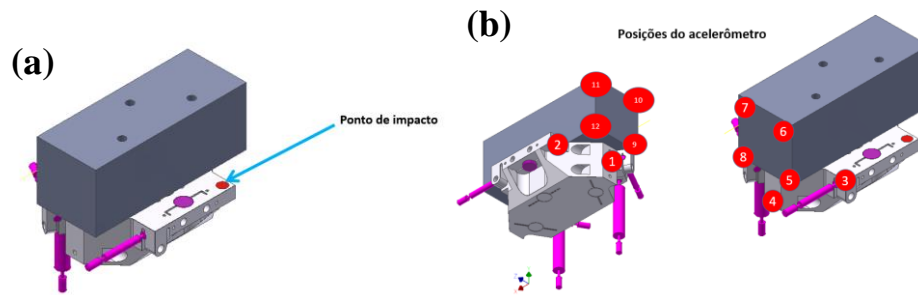


Figura IV-52: Ponto de impacto (a) e pontos de posicionamento do acelerômetro (b) [Fonte: autor].

Todos os pontos foram medidos de forma a se obter todos os modos de vibração do conjunto, porém devido ao foco desse projeto ser sobre a interface de fixação, apenas as curvas FRF (função de resposta em frequência) dos pares de pontos 2 e 12 nos eixos X, Y e Z são apresentadas (um ponto na base e outro no espelho). Os valores foram plotados para frequências de até 5kHz (Figura IV-53 a Figura IV-55).

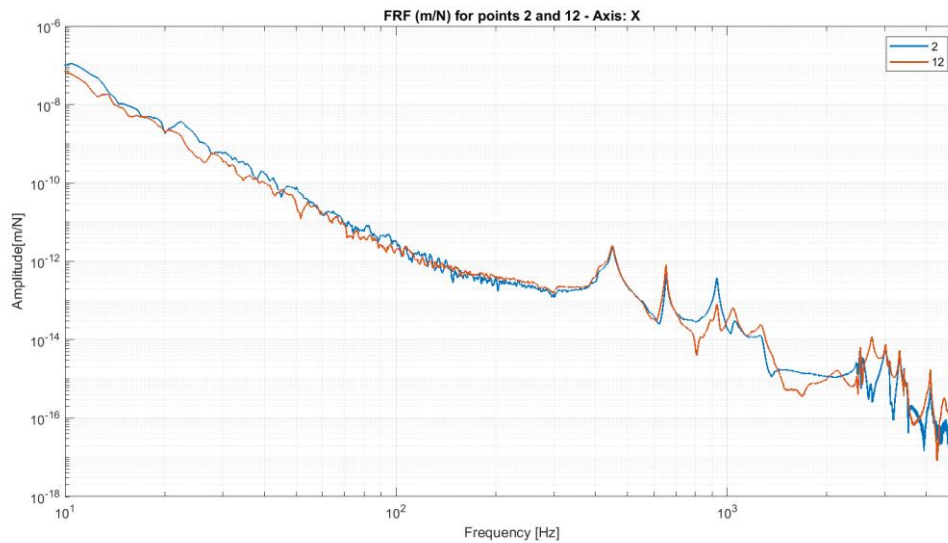
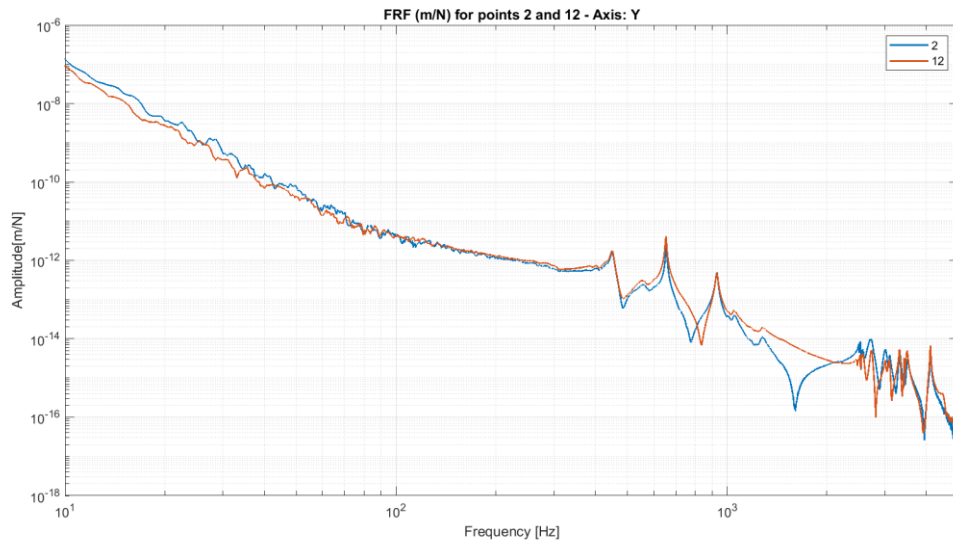
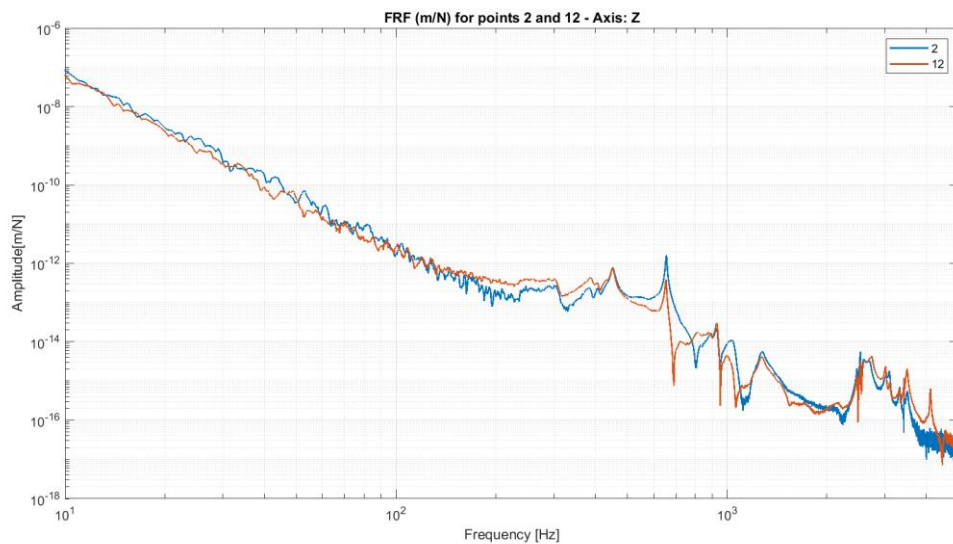


Figura IV-53: FRF HFM eixo X [Fonte: autor].



*Figura IV-54: FRF HFM eixo Y [Fonte: autor].*



*Figura IV-55: FRF HFM eixo Z [Fonte: autor].*

Um possível desacoplamento de ambos os corpos poderia ser visto nas funções de resposta em frequência como picos separados, ou seja, um pico de ressonância no espelho protótipo de alumínio (ponto 12) que não aparece na base de AISI 304 (ponto 2). Dadas as FRFs das três orientações medidas com o acelerômetro, não é possível identificar nenhum desacoplamento até a frequência analisada de 5kHz. Vale destacar que o pico de menor frequência vale 449,5Hz e não é devido á fixação do espelho na base mas ao conjunto como um todo.

Com a validação final do acoplamento entre o espelho e sua base utilizando o método proposto nesse trabalho foi possível aprovar a estratégia geral de fixação não apenas para o espelho HFM da estação Tarumã da linha de luz Carnaúba, mas sim dos espelhos KB de geometria fixa e montagem horizontal. Os sistemas de montagem desses espelhos e bases na liga de Invar customizada encontram-se em usinagem no presente momento (Abril, 2020) e devem ser montados no Sirius no segundo semestre de 2020, sendo utilizados de imediato nos primeiros experimentos.

## V. Conclusão

Esse trabalho teve como objetivo desenvolver o processo e validar o desempenho do adesivo epóxi MasterBond 42HT-2LO para a montagem de precisão de espelhos KB de silício monocristalino em bases de liga Invar para a linha de luz Carnaúba, da fonte de luz síncrotron Sirius. Utilizando-se esferas de vidro de 50  $\mu\text{m}$  de diâmetro, um método de colagem foi desenvolvido para garantir-se homogeneidade da camada de cola, sendo possível estabelecer uma camada de aproximadamente 50  $\mu\text{m}$  com uma pré-carga de 0,1 MPa, o que resulta em pontos de união com rigidez teórica mínima na ordem de  $10^8$  N/m no design proposto. A estabilidade do material em vácuo ( $<3.10^{-7}$  mbar) foi determinada por análise de gases residuais, verificando-se a presença de traços de voláteis pesados ( $> 44\text{u}$ ) mas com pressões parciais inferiores a  $10^{-9}$  mbar, que não deveria ser um problema para a operação do sistema. O adesivo apresentou falha adesiva em todos os ensaios de tração uniaxial, apresentando menor adesão ao Invar. Após o tratamento de superfície por jateamento com granalhas de vidro, a adesão com o Invar foi melhorada em cerca de 2x, tendo tensão de ruptura média de 26 MPa, com rugosidade de cerca de 3  $\mu\text{m}$  Ra, de modo a não afetar a homogeneidade da camada de cola. Microscopias MEV denunciaram baixa interação das esferas de vidro com a matriz epóxi, formando vazios devido ao seu baixo molhamento, indicando que quantidades mínimas para definição da camada devem ser utilizadas a fim de se evitar a inserção demasiada de defeitos. Uma estimativa das tensões residuais devido à restrição do encolhimento durante a polimerização do adesivo foi realizada através da medição de deformações de lâminas de vidro coladas e correlação com modelos de elementos finitos, tendo valores máximos pouco superiores a 100 MPa, valor esse reduzido 28% em 388 horas após seu máximo por alívio de tensões. Os dados de tensão residual foram utilizados na configuração de parâmetros de simulação no ANSYS e as deformações dos espelhos VFM e HFM da estação experimental Tarumã foram estimadas. Por fim, essas deformações foram utilizadas em simulações no SRW (*Synchrotron Radiation Workshop*) para análise de sua influência na qualidade do foco em  $8\text{keV} \pm 4\text{eV}$ , mostrando-se desprezíveis. Paralelamente, uma liga ferro-níquel Invar foi desenvolvida de modo a ter coeficiente de expansão térmica linear próximo ao do silício, diferindo apenas 16% na temperatura de 35°C no ensaio de dilatometria linear. A alta rigidez da fixação do espelho foi validada em um protótipo do HFM Tarumã com uma análise modal experimental até 5kHz, não observando desacoplamento entre os corpos.

## VI. Bibliografia

ASTM. Standard Specification for Thermostat Component Alloys - ASTM B753 - 07, 2018.

CALISTER, W. **Ciência e Engenharia de Materiais**. 9. ed. LTC, 2016.

CARNAUBA. **Coherent X-Ray Nanofocus Beamline**. LNLS. Campinas. 2020.

CHU, W.-T. Chapter 6 Laplace Transforms. **Advanced Engineering Mathematics**. National Chung Cheng University.

CNPEM. LNLS, 1 Dezembro 2019. Disponível em: <<https://www.lnls.cnpem.br/uvx/>>.

CNPEM. Sirius, 2019. Disponível em: <<https://www.lnls.cnpem.br/sirius/>>. Acesso em: 1 Dezembro 2019.

CO., H. Resinas epóxi baseadas em amina glicidil para compósitos para aplicações aeroespaciais, 2019. Disponível em: <[www.hexion.com](http://www.hexion.com)>. Acesso em: 1 Dezembro 2019.

ELLIS, B. **Chemistry and Technology of Epoxy Resins**. 1. ed. Springer, 1993.

EPOXY RESIN, W. Epoxy. **Wikipedia**, out. 2019. Disponível em: <<https://en.wikipedia.org/wiki/Epoxy>>. Acesso em: 1 Dezembro 2019.

FRISCH, J. **Synchrotron Radiation Sources and Free Electron Lasers**. SLAC.

GASPERINI, A. **Estudo do processo de formação de nanopartículas de GeSi em matriz de sílica por técnicas de luz síncrotron**. Unicamp. Campinas. 2011.

GUIDORIZZI, H. L. **Cálculo Vol. 4**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, v. 4, 2002.

HALLORAN, J. W. Negative thermal expansion artificial material from iron-nickel alloys by oxide co-extrusion with reductive sintering. **Journal of Materials Science**, n. 39, 2004.

JPE, I. Interpretation of Stiffness and Damping. Disponível em: <[www.jpe-innovations.com](http://www.jpe-innovations.com)>. Acesso em: abr. 2020.

LIBRETEXTS, P. 15.3: Energy in Simple Harmonic Motion. Disponível em: <[www.phys.libretexts.org/Bookshelves/University\\_Physics/](http://www.phys.libretexts.org/Bookshelves/University_Physics/)>. Acesso em: abr. 2020.

LNLS. Carnaúba. Disponível em: <<https://www.lnls.cnpem.br/facilities/carnauba/>>. Acesso em: 1 Dezembro 2019.

MATWEB. Matweb Alluminium properties. Disponível em: <[www.matweb.com](http://www.matweb.com)>. Acesso em: jan. 2020.

MATWEB. Matweb Silicon properties. Disponível em: <[www.matweb.com](http://www.matweb.com)>. Acesso em: jan. 2020.

NEWPORT. Fundamentals of Vibration. Disponivel em: <[www.newport.com/t/fundamentals-of-vibration](http://www.newport.com/t/fundamentals-of-vibration)>. Acesso em: fev. 2020.

NIST, N. I. O. S. A. T. Material Properties: Silicon. Disponivel em: <[www.trc.nist.gov/cryogenics/materials/Silicon/Silicon.htm](http://www.trc.nist.gov/cryogenics/materials/Silicon/Silicon.htm)>. Acesso em: abr. 2020.

O. CHUBAR, P. E. **Synchrotron Radiation Workshop - SRW**. 1997.

R. PHEPYS, A. U. O. M. A. **A study of residual stress formation in three-dimensionally constrained epoxy resins**. University of Massachusetts. Amherst. 1992.

ROSS, M. **K-B Mirrors Harness X-rays for Science**. Phys Org. Stanford. 2011.

STEINWEG, D. Laplace transforms:Mass-Spring Oscillator. Disponivel em: <<http://fweb.wallawalla.edu/>>. Acesso em: abr. 2020.

STEPHEN TIMOSHENKO, J. M. **Mecanica dos solidos V1**, 1994.

X-ENGINEER. How to find the transfer function of a system. Disponivel em: <[www.x-engineer.org/graduate-engineering/signals-systems/control-systems/](http://www.x-engineer.org/graduate-engineering/signals-systems/control-systems/)>. Acesso em: abr. 2020.