



METODOLOGIA DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS COM RAIOS X PARA
INSPEÇÃO DE JUNTAS LAMINADAS DE TUBULAÇÕES EM MATERIAIS
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRA DE VIDRO (PRFV)

Cintia Guimarães Ferreira

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Nuclear, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Nuclear.

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Rio de Janeiro
Fevereiro de 2019

METODOLOGIA DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS COM RAIOS X PARA
INSPEÇÃO DE JUNTAS LAMINADAS DE TUBULAÇÕES EM MATERIAIS
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRA DE VIDRO (PRFV)

Cintia Guimarães Ferreira

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA
DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM
ENGENHARIA NUCLEAR.

Examinada por:

Prof^a. Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.

Prof. Ricardo Tadeu Lopes, D.Sc.

Prof. Davi Ferreira de Oliveira, D.Sc.

Prof. Cesar Giron Camerini, D.Sc.

Dr. Sergio Damasceno Soares, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
FEVEREIRO DE 2019

Ferreira, Cintia Guimarães

Metodologia de ensaios não destrutivos com raios X para inspeção de juntas laminadas de tubulações em materiais compósitos poliméricos reforçados por fibra de vidro (PRVF) / Cintia Guimarães Ferreira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

IX, 105 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 81-84.

1. Ensaio Não Destrutivo. 2. Materiais Compósitos PRVF. 3. Inspeção. I. Pereira, Gabriela Ribeiro. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

*“Não me sinto privada das glórias as
quais nunca sonhei aspirar.”*

AGRADECIMENTOS

Disse Michel de Montaigne sobre o motivo de amar Étienne de La Boétie: *“Parce que c’était lui, parce que c’était moi”*. Ao amigo Carlos Roberto Ferreira de Castro: porque é ele, porque sou eu. A ele toda minha gratidão.

À Professora Gabriela Ribeiro Pereira por me acolher em um dos momentos mais difíceis da minha vida acadêmica, pela orientação e amizade.

Ao Professor Ricardo Tadeu Lopes, pelas oportunidades e por seus ensinamentos e pela amizade.

Ao Professor Davi Ferreira de Oliveira pela amizade e por suas contribuições na realização dos experimentos e revisões do trabalho.

Ao Professor Cesar Giron Camerini e ao Dr Sergio Damasceno Soares pelas contribuições para a melhoria do trabalho.

Aos meus pais, Maria e Hélio, por todo amor.

Ao LNDC pelo fornecimento das amostras.

Aos amigos do Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN).

Aos funcionários do Programa de Engenharia Nuclear (PEN) da COPPE/UFRJ.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

METODOLOGIA DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS COM RAIOS X PARA
INSPEÇÃO DE JUNTAS LAMINADAS DE TUBULAÇÕES EM MATERIAIS
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRA DE VIDRO (PRFV)

Cintia Guimarães Ferreira

Fevereiro/2019

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Programa: Engenharia Nuclear

O potencial de aplicações das técnicas de imagem usando raios X está bem estabelecido entre pesquisadores e setores industriais. Em paralelo, o uso de materiais compósitos tem proporcionado avanços tecnológicos em diversas áreas. Combinações de diferentes materiais resultam em um componente de características físicas, químicas e mecânicas únicas. O procedimento de laminação manual dessas juntas poliméricas pode induzir defeitos de vazios e delaminações. O objetivo desse trabalho é desenvolver uma metodologia de inspeção através das técnicas de radiografia digital, tomografia computadorizada e microtomografia computadorizada para inspeção de juntas laminadas de PRFV. E, analisar tipos de defeitos, presentes nas amostras avaliadas, através da quantificação dos volumes de cada fase do material, espessura e esfericidade. Os resultados mostraram que as técnicas detectaram os defeitos inseridos intencionalmente, além de outros não previstos. A RD possibilitou a medição da extensão dos defeitos. A TC e a microCT quantificaram volumetricamente esses defeitos, bem como as camadas de reforço e matriz. Foram geradas imagens 3D das imagens de TC e microCT, além de planificações das imagens de microCT.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

METHODOLOGY OF NON-DESTRUCTIVE TESTING WITH X RAY FOR
INSPECTION OF LAMINATED JOINTS OF PIPE IN POLYMERIC COMPOSITE
MATERIAL REINFORCED BY FIBERGLASS

Cintia Guimarães Ferreira

February/2019

Advisor: Gabriela Ribeiro Pereira

Department: Nuclear Engineering

The applications potential of X-ray image techniques using X-ray it is a subject of great interest among researchers and industry. In parallel, the use of composite materials have proportionated advances technologies in several areas. Combinations of different materials result in a component of physical, chemical and mechanical unique characteristics. The manual lamination proceeding of these polymer joints can induce defects of voids and delaminations. The objective of this work is to develop a methodology of inspection through the techniques of digital radiography, computed tomography and computerized microtomography for inspection of laminated joints of FRP. And, to analyze defect types, present in the evaluated samples, by quantifying the volumes of each phase of the material, thickness and sphericity. The results showed that the techniques detected intentionally defects inserted, in addition to others not predicted. The DR made it possible to measure the extent of defects. CT and microCT quantified volumetrically these defects, as well as the reinforcement and matrix layers. 3D images of the CT and microCT images were generated, as well planning the microCT of images.

ÍNDICE

CAPÍTULO 1	1
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2	4
REVISÃO DE LITERATURA	4
CAPÍTULO 3	10
CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS	10
3.1 SOBRE OS RAIOS X E A ATENUAÇÃO	10
3.2 RADIOGRAFIA DIGITAL	13
3.3 TOMOGRAFIA E MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA	16
3.4 SOBRE A IMAGEM DIGITAL	20
3.5 MATERIAIS COMPÓSITOS	21
3.5.1 Matrizes poliméricas termorrígidas: Epóxi.....	22
3.5.2 A Fibra de Vidro como reforço.....	23
3.5.3 Processos de fabricação de compósitos com matriz polimérica.....	25
3.5.3.1 Moldagem manual (<i>hand lay-up</i>).....	26
3.5.4 Qualificação e certificação para compósitos.....	28
CAPÍTULO 4	31
MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 CORPOS DE PROVA DE PRFV	31
4.2 SOBRE A INSPEÇÃO	34
4.2.1 Radiografia Digital.....	34
4.2.2 Tomografia Computadorizada.....	35
4.2.3 Microtomografia Computadorizada.....	38
4.3 ANÁLISES QUANTITATIVAS E QUALITATIVAS	40
CAPÍTULO 5	45
RESULTADOS E DISCUSSÃO	45

5.1 RADIOGRAFIA DIGITAL.....	45
5.2 TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA.....	57
5.3 MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA.....	60
5.3.1 Análises qualitativas: Planificação e cortes 2D.....	72
CAPÍTULO 6.....	77
CONSIDERAÇÕES, CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	77
6.1 Sugestões para Trabalhos Futuros.....	80
REFERÊNCIAS.....	81
ANEXO I.....	85
ANEXO II.....	94
ANEXO III.....	99
ANEXO IV.....	104
ANEXO V.....	105

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

“A história da ciência não está desvinculada da história da sociedade, cada época e lugar carrega consigo os seus questionamentos.”

(Carlos Castro)

A descoberta dos raios X foi feita por Röntgen¹ em 1895, mas a sua natureza de onda eletromagnética ficou consolidada somente em 1912, por Laue². Atualmente, somos mais de 7 bilhões de seres humanos beneficiando-se da sua utilização. Podemos dizer que nunca houve na história da ciência um período tão curto entre uma descoberta e a sua aplicação. Desde a sua descoberta, diversas melhorias foram introduzidas como, por exemplo, o tubo de raios X de Coolidge e o primeiro aparelho móvel de radiografia. É assim que, de inovação em inovação, de erros e acertos, se constroem os patamares da ciência.

A sociedade, usuária da ciência e tecnologia, não pode ficar estagnada no tempo e espaço. A evolução computacional e a tecnologia de novos detectores permitiram o processamento e reconstrução de uma gama de informações a partir de várias projeções radiográficas. E em pouco tempo (década de 70), passamos do universo bidimensional (radiografia) para o universo tridimensional - o que hoje conhecemos como tomografia computadorizada (TC). A evolução é constante e, da necessidade de se observar estruturas cada vez menores, surgiu a microtomografia computadorizada (microCT), onde o tamanho focal do tubo de raios X é da ordem de poucos micrômetros.

As tecnologias utilizadas em medicina são praticamente as mesmas aplicadas ao mercado industrial, mudando-se o objeto e o objetivo do estudo. Um vasto campo de pesquisa e aplicações das técnicas de imagem são descritas em literaturas. No ramo industrial podemos dizer que aplicações da radiografia, tomografia e microtomografia computadorizada compõem as técnicas de Ensaios Não Destrutivos (END) – como o

¹ Wilhelm Conrad Röntgen (1845 – 1923). Recebeu o primeiro Nobel de Física em 1901, pela descoberta dos raios X.

² Max von Laue (1879 – 1960). Prêmio Nobel de Física em 1914. Concebeu a ideia de usar um cristal como rede de difração em experimentos de difração de raios X.

nome sugere, verificam a estrutura dos objetos sem destruí-los. Uma das aplicações dessas técnicas envolve a inspeção de materiais compósitos, que são o nosso objeto de estudo.

Compósitos são estruturas ou componentes fabricados a partir de duas ou mais fases, geralmente em nível macroscópico, que apresentam morfologia distintas. Os componentes de um compósito atuam em conjunto, podendo ser caracterizados por meios físicos. Cada um dos componentes retém sua identidade, não precisando ser necessariamente de materiais diferentes.

A crescente utilização de materiais compósitos, especialmente tubulações de polímeros reforçados com fibra de vidro (PRFV), na indústria de óleo e gás, exige na mesma proporção, a busca por informações técnicas e maior aprofundamento no assunto. A alta resistência à corrosão e o baixo peso específico faz com que sejam atrativos em instalações *onshore* ou *offshore*. A eficácia da tecnologia de compósitos depende do esforço integrado de vários especialistas.

Os processos de fabricação correspondem a 50 – 60% do custo total de um compósito, tornando-se um assunto que demanda significativa atenção da comunidade industrial e científica. Compósitos poliméricos apresentam facilidade no processo de manufatura, reduzindo seu custo relativo. Entretanto, quando moldados manualmente (laminação *hand lay-up*) podem apresentar defeitos característicos desse processamento (LEVY & PARDINI, 2016).

Um fator determinante no desempenho de um compósito são as frações volumétricas de fibras (V_f), matriz (V_m) e vazios (V_v). Esses parâmetros são usados para quantificar os volumes percentuais de cada componente (fibras, matriz e vazios, respectivamente), em relação ao volume total de um compósito. Os valores de V_f e V_m , em qualquer tipo de compósito, são determinados pelo projeto inicial e, dentro de certos limites, podem ser controlados. Pode-se obter compósitos com valores de V_f de até 70%/volume e, o valor mínimo de V_m , para que todos os filamentos do reforço sejam impregnados por ela, é próximo de 30%. Os valores de V_v , portanto, devem ser menores do que 1%/volume, pois os vazios são prejudiciais ao desempenho mecânico dos compósitos (LEVY & PARDINI, 2016).

O objetivo desse trabalho é desenvolver uma metodologia de inspeção através das técnicas de radiografia digital, tomografia computadorizada e microtomografia

computadorizada para inspeção de juntas laminadas de PRFV. E, analisar tipos de defeitos, presentes nas amostras avaliadas, através da quantificação dos volumes de cada fase do material, espessura e esfericidade. Esperamos, contudo, demonstrar a eficácia das técnicas na detecção de defeitos provenientes do processamento manual.

No próximo capítulo apresentamos uma breve revisão bibliográfica sobre inspeção de materiais compósitos e aplicações de ensaios não destrutivos. No capítulo 3, os aspectos teóricos envolvidos nesse trabalho serão discutidos. No capítulo 4, os materiais e a metodologia experimental serão apresentados. O capítulo 5 apresenta os resultados obtidos em cada fase do trabalho. E, por fim, no capítulo 6 são apresentadas as considerações finais e sugestões para trabalhos futuros. Os trabalhos decorrentes dessa tese encontram-se nos Anexos I, II, III, IV e V.

CAPÍTULO 2

REVISÃO DE LITERATURA

“A ciência em seus primórdios idealizava a compreensão do mundo, sem a exigência imediata de sua aplicabilidade técnica. A sociedade evoluiu aproveitando-se dos benefícios tecnológicos, advindos das descobertas científicas, gerando nos pesquisadores uma direção prática em seus estudos.”

(Carlos Castro)

Apoiados pela epígrafe acima falaremos das possibilidades e depois apresentaremos o que foi realizado.

Em peças fabricadas com moldagem compósita líquida (MCL) é essencial ter o conhecimento de fenômenos de fluxo em torno dos feixes de fibras, pois a qualidade do laminado está relacionada, dentre outros, ao conteúdo, tamanho e distribuição de vazios. O estudo desses parâmetros pode ser realizado através de simulação MCL. Entretanto, um resultado mais preciso é fornecido com a utilização de métodos não destrutivos. Através da técnica de microCT, SCHELL *et al.* (2006) determinaram a geometria dos vazios e do feixe de fibras em polímeros reforçados por fibra de vidro (PRFV). Os resultados mostraram que a microCT é um método apropriado para investigar a estrutura do feixe de fibras devido ao alto contraste entre vidro, resina e o ar. Com o apoio de técnicas de pós-processamento, os dados obtidos podem ser convertidos em modelos de elementos finitos.

Materiais compósitos reforçados com fibras podem apresentar defeitos críticos, tais como: delaminações e falta de adesão. LITTLE *et al.* (2012) avaliaram, através da técnica de microCT, a precisão e confiabilidade de técnicas convencionais e inovadoras para a caracterização de vazios utilizados em análises de laminados reforçados com fibra de carbono (PRFC). O estudo mostrou que embora as medições de microscopia e densidade de Arquimedes apresentem resultados de precisão e confiabilidade limitadas, a microCT não encontrou erros inerentes nessas técnicas. Além disso, a microCT foi capaz de caracterizar o tamanho, a forma e a distribuição de vazios tridimensionais em laminados PRFC.

Diversas técnicas são usadas para medir a distribuição do tamanho de partículas em variadas amostras. Em especial, a microtomografia computadorizada fornece poderosos métodos de análises quantitativas. DALEN & KOSTER (2012) forneceram uma importante contribuição ao comparar os métodos de análise 2D e 3D. Para tal, testaram os procedimentos em imagens de microCT de emulsões aeradas em diferentes intervalos de armazenamento. O estudo demonstrou a eficiência da determinação da espessura 3D de estruturas e indica o método como medida indireta para a estimativa de distribuição do tamanho de partículas.

Defeitos no processo de fabricação levam à degradação significativa do comportamento estrutural de materiais compósitos. Diversos estudos demonstram maneiras de melhorar a inspeção não destrutiva nesse tipo de material. A detecção de porosidades ou vazios é um desafio devido aos métodos de quantificação utilizados em tomografia computadorizada. Nesse sentido, NIKISHKOV *et al.* (2013) propuseram um novo método de quantificação das dimensões de porosidades e vazios em compósitos. O trabalho discute métodos para minimizar erros nesses procedimentos e fornece experimentos para validar sua teoria.

SIMÕES & CAMPOS (2013) realizaram uma revisão de literatura sobre a influência do tamanho do *voxel* na qualidade das imagens tomográficas. O trabalho é de grande importância e demonstrou que quanto menor o tamanho do *voxel*, maior a qualidade das imagens. Entretanto, a redução do *voxel* tem como consequência o aumento do valor de corrente e do tempo de exposição. Novas tecnologias em tomografia computadorizada fornecem a redução do *voxel* sem a necessidade de aumento da corrente. Contudo, esses sistemas não apresentaram melhorias na qualidade da imagem em relação à utilização *voxels* maiores com menor valor de corrente. Outro fator a ser analisado é a proteção radiológica envolvida, respeitando o princípio ALARA (*as low as reasonably achievable* – tão baixo quanto razoavelmente exequível).

A tomografia computadorizada de alta resolução pode ser usada para identificar microestruturas em materiais compósitos, tais como distribuições de fibras, frações de volume vazio e mecanismos de danos, como fissuras e rupturas de fibras, em três dimensões. Um alto nível de confiança pode ser colocado nos resultados, pois os recursos são vistos diretamente em escala de comprimento relevante. SCOTT *et al.* (2014) realizaram inspeções com tomografia computadorizada em estruturas de aro compósito híbridas fabricadas por enrolamento de filamentos, incluindo vazios dentro

das camadas compostas. As estruturas consistiam em um forro interno de alumínio, com filamento carbono/epóxi (PRFC) e vidro/ epóxi (PRFV), camadas circunferencias enroladas a $\sim 90^\circ$ e camadas longitudinais a $\sim 20^\circ$. As amostras foram pressurizadas e foi utilizado sensores de emissão acústica (EA) em amostras PRFC para localizar danos espacial e temporariamente em nível macroscópico, sem se preocupar com as causas. Posteriormente, as amostras foram analisadas pela técnica de microCT para que os danos e as suas correlações fossem analisados mais precisamente. A segmentação dos vazios foi realizada para analisar a distribuição espacial e determinar qualquer correlação com os mecanismos de danos. A microCT mostrou que as trincas da matriz se cruzam com os vazios, a correlação com quebras de fibras foi menos distinta e não houve correlação de primeira ordem encontrada entre a densidade da ruptura da fibra e a fração do volume vazio ou a dimensão do vazio. Entretanto, foi verificado que existe uma correlação entre os locais de interrupção das fibras e os vazios, com até 5 vezes mais rupturas de fibras que ocorrem dentro da metade do diâmetro da fibra de vazios, do que o estimado para uma distribuição aleatória uniforme do mesmo número de quebras.

SILVA *et al.* (2015) Utilizaram a microtomografia computadorizada (microCT), a Radiografia Computadorizada (RC) e a Radiografia Digital (RD) para estudar os vazios apresentados em juntas coladas de materiais compósitos reforçados com fibra de vidro. Os testes foram realizados com três amostras de juntas coladas de tubos de 16 polegadas de diâmetro cortadas em um ângulo de 60° . A primeira amostra (amostra de controle) obedeceu às especificações do fabricante. A segunda amostra apresentava uma falta de adesivo de 30% em relação às especificações do fabricante. Na terceira amostra foi inserida uma fita adesiva na superfície da junta, gerando falta de adesão. Os parâmetros quantificados foram o volume total de interesse (TV, mm^3), os volumes de objetos binários totais dentro do volume de interesse (BV, mm^3) e a porcentagem do Volume de Interesse (VOI) ocupada pelos objetos binarizados (BV / TV,%). Outro parâmetro analisado foi a distribuição do tamanho dos vazios da amostra. Esta análise foi realizada em 2D (fatia por fatia) e forneceu um histograma com diferentes intervalos de tamanho de vazio. Os resultados demonstraram que a radiografia foi capaz de detectar diferenças de contraste nas regiões onde havia pouco ou nenhum adesivo. Entretanto, não foi possível detectar falta de adesão entre a camada adesiva e a parede do tubo. Melhores resultados foram obtidos com a técnica de microCT, onde foi possível visualizar a falta de adesão entre a camada adesiva e a parede do tubo. Além disso, foi capaz de detectar uma maior variedade de descontinuidades e realizar a quantificação desses defeitos.

Assim como nos compósitos laminados, as propriedades mecânicas de compósitos trançados tubulares podem ser previstas através da geometria da trança e do conhecimento das propriedades mecânicas dos seus constituintes. Sabendo-se que a geometria da trança e o conteúdo vazio afetarão o comportamento mecânico dos compósitos trançados, é importante o conhecimento preciso das frações de matriz e volume de fibra. A microCT permite tanto a determinação da arquitetura como o conteúdo de vazio da fibra. O estudo realizado por MELENKA *et al.* (2015) avaliou o conteúdo de porosidade / vazio e identificou a geometria das fibras de reforço em amostras de compósitos tubulares. O processo de identificação e medição da cadeia de trança foi simplificado utilizando um algoritmo de planificação de imagens, que desembrulha a geometria cilíndrica em uma estrutura achatada. A metodologia aplicada nesse estudo pode ser usada para avaliar a qualidade e consistência do processo de fabricação de material compósito trançado tubular. Compreender a geometria tridimensional dos compósitos trançados tubulares levará a modelos analíticos aprimorados, uma vez que esses modelos são sensíveis aos efeitos geométricos da trança. Além disso, a geometria da trança tridimensional gerada no estudo também poderia ser usada para outros estudos de elementos finitos.

Em comparação à radiografia convencional, a tomografia computadorizada (TC) de raios X proporcionou uma melhora significativa em detectabilidade de defeitos pequenos. Em constante crescimento, a TC tem sua aplicação em diversas áreas tais como: ciências alimentares, ciências dos materiais, geociências, metrologia etc. A TC médica foi bastante utilizada em aplicações industriais, principalmente antes do estabelecimento da microCT. Embora o objetivo seja diferente, a TC médica e a TC industrial são baseadas nos mesmos princípios físicos. Em um estudo de caso realizado por Du PLESSIS *et al.* (2016) foram feitas comparações entre a TC médica e a microCT industrial para ensaios não destrutivos de 4 peças de densidades distintas: 1 bloco de concreto com reforço de metal, uma lâmina de turbina de aço, um cilindro de concreto e uma fundição de titânio que foi sujeita a prensagem isostática quente (HIPping). Os resultados demonstraram as vantagens e desvantagens de cada técnica. Dentre os resultados mais relevantes, observou-se que a TC médica pode produzir dados úteis em tempos significativamente menores, tornando-se uma boa opção para testes não destrutivos em grande escala e com exigência de resolução moderada. Outra vantagem está na possibilidade de inspecionar amostras de grande porte de uma única vez e gerar dados computacionais reduzidos. Os aparelhos de microCT, em sua maioria, não possibilitam a inspeção de amostras grandes, o que seria uma desvantagem em

algumas aplicações de ensaios não destrutivos. Entretanto, a microCT apresenta alta resolução, que é um requisito importante em aplicações industriais.

A inspeção de materiais compósitos, em sua grande maioria, tem sido realizada por ensaios com ultrassom. Uma das dificuldades enfrentadas pela técnica está relacionada à heterogeneidade dos materiais inspecionados. ALMEIDA (2016) avaliou a aplicabilidade da inspeção por *phased array* em juntas laminadas em material PRFV com o objetivo de detectar descontinuidades tipicamente apresentadas por esse material. Posteriormente, os dados obtidos pelo ultrassom foram comparados a tomografias computadorizadas realizadas em um tomógrafo médico. Os resultados indicaram que a metodologia de inspeção com ultrassom é adequada para a detecção dos defeitos. A tomografia computadorizada apresentou alta correlação entre esses resultados. Além disso, contribuiu para identificar o deslocamento entre a posição projetada e a posição real dos defeitos encontrados pelo ultrassom. O texto sugere aprimoramento do estudo com a técnica de tomografia computadorizada indicando a mesma com potencial para ser utilizada em inspeções de materiais PRFV.

A tomografia computadorizada de raios X é uma técnica bastante conhecida para quantificação de volumes e porosidade em diversos materiais. Entretanto, melhores resoluções exigem maiores tempos de varredura e processamento computacional. De acordo com o objetivo da análise ou o tamanho dos poros, uma resolução ótima não é necessária. Neste sentido, Du PLESSIS *et al.* (2016) propuseram uma metodologia simples e rápida para análise de porosidade em concreto utilizando a tomografia computadorizada. O estudo utiliza procedimentos básicos com pacotes de software comercial com processamento de imagem mínimo. Uma amostra, com geometria adequada para minimizar artefatos de imagem, foi submetida a varreduras variando a resolução de 100 a 5 μ m, com tempos de aquisição variando de 5 minutos (baixa qualidade) à 1 hora (alta qualidade) em função da quantidade de projeções adquiridas (variação do passo angular). Os resultados deixam claro que vazios menores do que a resolução de varredura, embora não detectados, estão presentes na amostra. Usando o valor da esfericidade ou outros cálculos mais complexos, os vazios podem ser classificados e separados de acordo com sua origem (por exemplo, vazios alongados ao longo de pedras agregadas versus vazios esféricos). Quanto maior a resolução, menores serão os vazios detectados. O potencial de maior rendimento, por análise mais rápida, foi investigado e verificou-se que valores de porosidade úteis poderiam ser encontrados em tempos de varredura de 5 min, comparáveis com varreduras de maior qualidade (1 hora). Uma diferença é que a medida média da porosidade diminui devido

à menor qualidade de imagem, principalmente devido ao aumento do ruído e a pequenos poros não segmentados adequadamente. Essa metodologia rápida e simples pode ser utilizada em inspeções de grande escala onde a análise volumétrica completa da porosidade está dentro da faixa de resolução utilizada na varredura para o campo de visão total (sem a necessidade de multiscans).

SILVA *et al.* (2017) apresentaram um comparativo entre as técnicas de Ultrassom, Tomografia e Microtomografia na detectabilidade de defeitos em uniões laminadas e adesivadas de sistemas de tubulações de plástico reforçados com fibra de vidro, com diâmetro nominal de 6 polegadas. Foram inspecionados 4 corpos de prova laminados com resina estervinílica e 9 corpos de prova adesivados (distribuídos por 5 corpos de prova) com resina epóxi, sendo esse tipo de união ponto e bolsa. Os corpos de prova continham áreas defeituosas tais como falta de adesivo ou de resina, e inclusão de materiais para simular falta de aderência. Os resultados apresentaram razoável equivalência entre as técnicas utilizadas. Entretanto, a técnica de ultrassom apresentou dificuldades de acoplamento devido às irregularidades da superfície analisada. Em relação às técnicas de tomografia e Microtomografia foi destacado a rapidez e independência total das condições de rugosidade de superfície. A técnica de ultrassom apresentou bom desempenho para inspeção das uniões laminadas e adesivadas. A técnica de tomografia mostrou-se muito interessante para a inspeção de uniões adesivadas e laminadas e a microtomografia mostrou resultados superiores aos obtidos pelas técnicas de tomografia computadorizada e ultrassom para as juntas adesivadas. O estudo indica que a escolha da melhor técnica está atrelada a objetivos de detectabilidade e qualidade de inspeção. Contudo, o custo relativo e portabilidade do sistema são outros fatores influenciadores na escolha da técnica de inspeção.

Diversos trabalhos foram realizados para prever falhas em materiais PRFV. Entretanto, existe a necessidade de aprofundamento em END com radiações ionizantes; principalmente de uma metodologia para inspecionar esse tipo de material. Nesse sentido, essa tese desenvolveu uma metodologia, a partir das técnicas de RD, TC e microCT, para inspecionar tubulações em PRFV. No capítulo a seguir apresentaremos as bases teóricas que norteiam esse trabalho.

CAPÍTULO 3

CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

Ninguém entra em um laboratório experimental vazio de conteúdo teórico.

(Carlos Castro)

As teorias envolvidas neste trabalho estão bem estabelecidas e documentadas em livros³. Portanto, vamos nos ater somente aos aspectos essenciais básicos para a sua compreensão.

Dois processos fundamentais envolvem a obtenção de uma imagem utilizando radiação X: a absorção diferenciada dos fótons de raios X ao interagir com o material estudado e a sua detecção. Os princípios físicos da radiografia e da tomografia (ou microtomografia) computadorizada são os mesmos. O que muda é maneira como essas imagens são adquiridas e processadas computacionalmente.

3.1. SOBRE OS RAIOS X E ATENUAÇÃO.

Os raios X são produzidos de duas maneiras: raios X de freamento⁴ e raios X característicos (ou de fluorescência). De uma maneira mais simples: o espectro⁵ fornecido pela radiação de freamento é contínuo e sua energia depende do grau de proximidade dos elétrons em relação ao núcleo e da energia cinética dos elétrons. Já o espectro fornecido pela radiação característica é discreto. Como o nome sugere, é uma característica que depende do material de que é construído o alvo.

³ Estamos fortemente influenciados pelo livro: *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia* de Flaminio Levy Neto e Luiz Claudio Pardini.

⁴ Tradução da palavra alemã BREMSSTRAHLUNG.

⁵ Gráfico de quantidade de fótons emitidos em função da energia ou da frequência, ou do comprimento de onda da onda eletromagnética.

A figura 3.1 exemplifica os espectros contínuos e discretos (linhas superpostas ao contínuo) resultantes da produção de raios X para os valores de tensão de 60, 90 e 120 kV aplicados ao tubo.

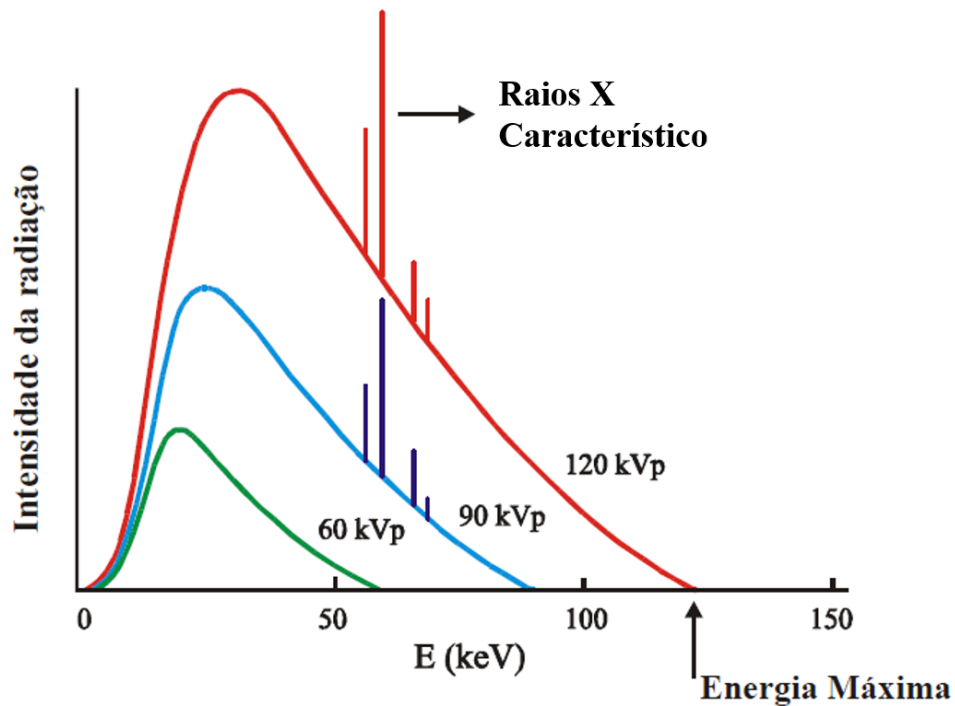


Figura 3.1: Espectro de raios X de freamento e característico (adaptado de TAUHATA, 2003).

Sobre a figura 3.1 podemos considerar que:

- ✓ A máxima energia dos fótons que emergem de uma ampola de raios X é igual à máxima energia dos elétrons que atingem ao alvo da ampola que, por sua vez, dependem da voltagem de pico aplicada. Quanto maior a potência, maior a eficiência na produção de raios X.
- ✓ A energia do espectro discreto não se modifica com a ddp aplicada ao tubo. Só depende do número atômico do material alvo. Segundo ATTIX (1986): “A quantidade total de fótons de raios X característico cresce com a energia do elétron logo acima da energia de ligação, mas se estabiliza para energias cinéticas mais elevadas.

Os raios X não são absorvidos da mesma forma por diferentes materiais. É por essa característica que é possível obter imagens de objetos ou até mesmo do corpo humano. Esse processo é conhecido como atenuação e tem sua definição segundo a lei de Beer-Lambert (OKUNO, 2010):

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.1)$$

Onde: I_0 e I são a intensidade do feixe antes e depois de atravessar um material com espessura x , e é a base dos logaritmos neperianos e μ é o coeficiente de atenuação linear no meio, que depende do material que constitui o meio e da energia da radiação.

A equação 3.1 é válida apenas para feixes monocromáticos, ou seja, feixes com fótons de mesma energia. Entretanto, os feixes de raios X utilizados em sistemas de radiografia e tomografia são policromáticos⁶ (feixes com fótons de energia variada). Conhecendo os valores de I_0 , I e x , é possível calcular o valor médio do coeficiente de atenuação linear de um material homogêneo. Materiais compostos (heterogêneos) possuem diferentes coeficientes de atenuação linear, sendo necessário dividir o objeto em pequenos segmentos (figura 3.2), de modo que cada um deles seja considerado como um material homogêneo, para se obter a atenuação total.

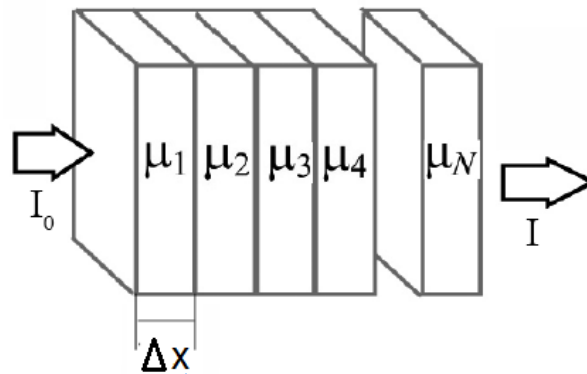


Figura 3.2: Representação da atenuação de um feixe de raios X monocromático em um material heterogêneo (adaptado de TELES, 2016).

⁶ Em um feixe policromático, a segunda Camada Semirredutora (CSR) não coincide com a primeira, porque a atenuação em um dado meio depende da energia dos fótons. O espectro do feixe policromático que atravessa a primeira CSR tem energia média maior do que o espectro do feixe original (OKUNO, 2010).

Assim, a equação 3.1 pode ser reescrita da seguinte maneira (TELES, 2016):

$$I = I_0(e^{-\mu_1\Delta x} e^{-\mu_2\Delta x} \dots e^{-\mu_N\Delta x}) \quad (3.2)$$

Para $\Delta x \rightarrow 0$ (muito pequeno) a equação 3.2 será:

$$I = I_0 e^{-\int_L \mu(x,y) dl} \quad (3.3)$$

Onde dl é o incremento do comprimento. A equação 3.3 descreve uma fatia do objeto em um plano (x,y) , que é a base matemática utilizada para descrever uma projeção.

3.2. RADIOGRAFIA DIGITAL

Ao incidir sobre um material, os raios X podem ser absorvidos, espalhados ou não sofrer interação. Essa diferença de absorção poderá ser detectada através de um receptor de imagem conhecido como detector (figura 3.3). A radiografia é usada para apresentar a variação de um determinado material que apresenta uma diferença em espessura ou densidade em relação a uma região vizinha (ANDREUCCI, 2017).

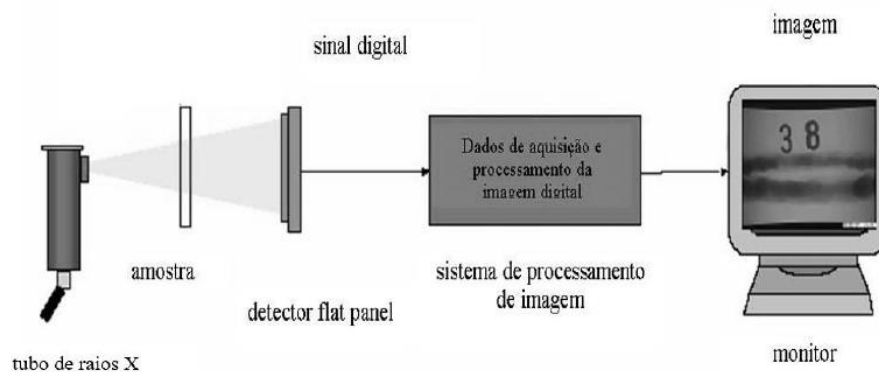


Figura 3.3: Esquema geral de uma técnica radiográfica digital (MOREIRA et al., 2007)

Podemos classificar a radiografia em convencional e digital (computadorizada (RC) e direta (RD)) em função do detector utilizado. O detector além de ser sensível à radiação deve ser capaz de fornecer alguma informação útil para a formação da imagem. Em uma radiografia convencional o detector é um filme radiográfico e o processo de extração da imagem latente é químico. Em radiografia computadorizada o detector é uma placa de fósforo e o processamento é eletromecânico, podendo reutilizar o detector após o apagamento da imagem latente. A radiografia direta fornece a imagem gerada no detector diretamente para a tela de um computador. A imagem 3.4 demonstra um diagrama básico de um sistema digital.

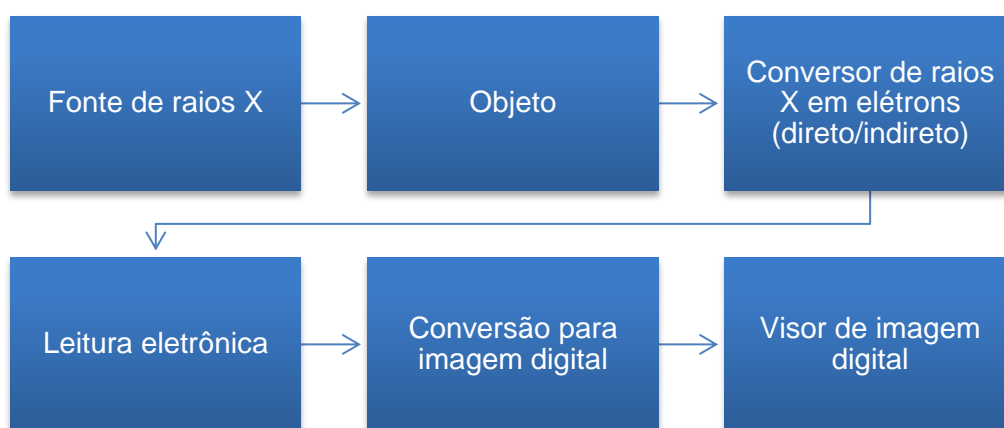


Figura 3.4: Diagrama básico de um sistema de imagem digital com raios X (adaptado da norma ASTM E2736-10).

Os detectores utilizados em RD são de estado sólido e podem ser *flat panel* ou lineares (ou *Digital Detector Array – DDA*). O *flat panel* contém uma área, plana e rígida, constituída de milhões de detectores, conectados a circuitos. A energia absorvida da radiação é transformada em sinal elétrico e, posteriormente, em sinal digital através de um conversor A/D. O *flat panel* pode variar em relação à captura e conversão da energia da radiação, na estrutura de leitura e na eletrônica envolvida (ASTM E2736-10). Basicamente, em relação à captura da radiação podem ser de conversão direta ou indireta⁷.

⁷ Nosso interesse é no tipo de detector *flat panel* de conversão indireta.

A maneira de conversão indireta é caracterizada pela presença de um material cintilador (figura 3.5) sobre a matriz de sensores (fotocondutores). Assim a radiação é absorvida pela camada de material cintilante⁸ e é convertida em fótons de luz visível. Estes fótons de luz atingem uma matriz de fotodiodos de silício-amorfo (a-Si) e são convertidos em sinal elétrico que ativa cada pixel. Os pixels ativados por sinais elétricos transferem o sinal para o sistema através de uma interface de alta velocidade. A chave que permite que a carga seja descarregada é um transistor de filme fino (do inglês *Thin-film transistor* (TFT)).

Em operação, todos os fotodiodos tem a polaridade revertida pela aplicação de uma tensão externa. Enquanto as chaves TFT são desligadas, a carga gerada pela luz emitida pelo cintilador acumula nos diodos. Quando se necessita a leitura, uma linha de registro é energizada para ligar as chaves nessa linha. As cargas de todos os fotodiodos da linha selecionada são descarregadas simultaneamente por meio das linhas de dados (MOREIRA, 2007).

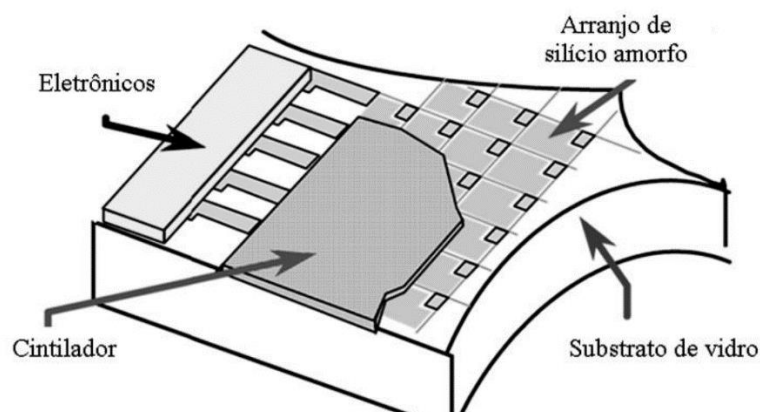


Figura 3.5: Desenho ilustrativo da estrutura de um *flat panel* de conversão indireta (ASTM E2736-10).

A RD apresenta diversos benefícios que justificam sua utilização para inspeção industrial. Para que uma imagem seja gerada na tela do computador o tempo de exposição necessário pode corresponder a alguns segundos ou poucos minutos, otimizando o serviço. O baixo tempo de exposição leva em consideração a curva de

⁸ Existem alguns tipos diferentes de cintiladores utilizados em DDAs. Os mais comuns são o CsI:Tl (iodeto de césio ativado com tálio) e o policristalino Gd₂O₂D:Tb (oxissulfato de gadolínio ativado com térbio).

sensibilidade, que para o *Flat Panel*, apresenta-se 100 vezes mais sensível do que detectores convencionais.

3.3. TOMOGRAFIA E MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

A tomografia computadorizada é uma técnica que possui os mesmos princípios físicos da radiografia, mas que fornece imagens tridimensionais (3D). Para realizar uma tomografia é necessário obter um grande número de radiografias em diferentes ângulos ($360^\circ/n^\circ$ de passo angular) e calcular matematicamente a distribuição 3D do coeficiente de atenuação (CNUDE & BOONE). Quanto maior o número de radiografias mais informações são fornecidas sobre o objeto estudado e, conseqüentemente, melhor a qualidade tomográfica⁹. A tomografia pode ser realizada com a movimentação do conjunto fonte-detector em torno de um objeto fixo. Ou, ainda, com a movimentação do objeto em relação ao conjunto fonte-detector. Essa última configuração é comumente utilizada em sistemas industriais. A Figura 3.6 esquematiza o princípio da formação de uma imagem tomográfica. O detector utilizado é do tipo *flat panel*.

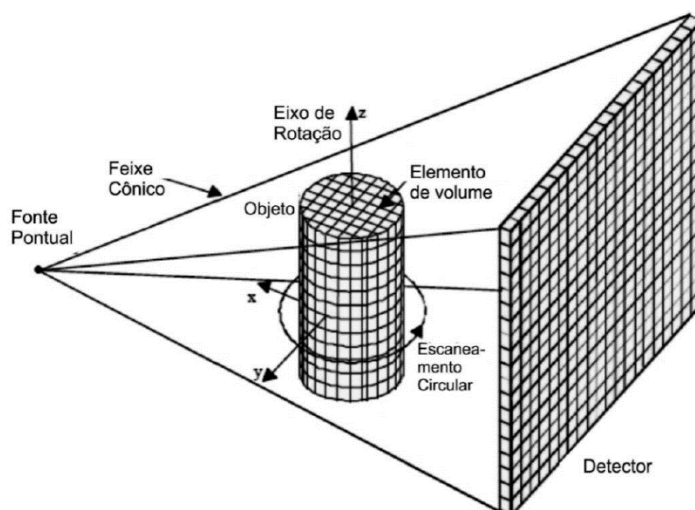


Figura 3.6: Princípio da formação da imagem tomográfica (adaptado de ANDREUCCI, 2017).

Uma das diferenças entre a TC e microCT é o tamanho focal da fonte utilizada. Em microCT o tubo de raios X apresenta tamanho focal reduzido (microfoco)

⁹ Outros fatores também devem ser levados em consideração.

proporcionando melhor resolução espacial (da ordem de micrômetros) em relação ao tubo utilizado em TC (da ordem de milímetros). De acordo com LIMA *et al* (2007 e 2008): “Quanto menor o foco, melhor será a nitidez resultando em uma melhor qualidade nas imagens adquiridas. Por consequência de seu tamanho reduzido, a tensão e corrente também são menores que encontradas em equipamentos de TC.”. A Figura 3.7 representa um sistema de microtomografia.

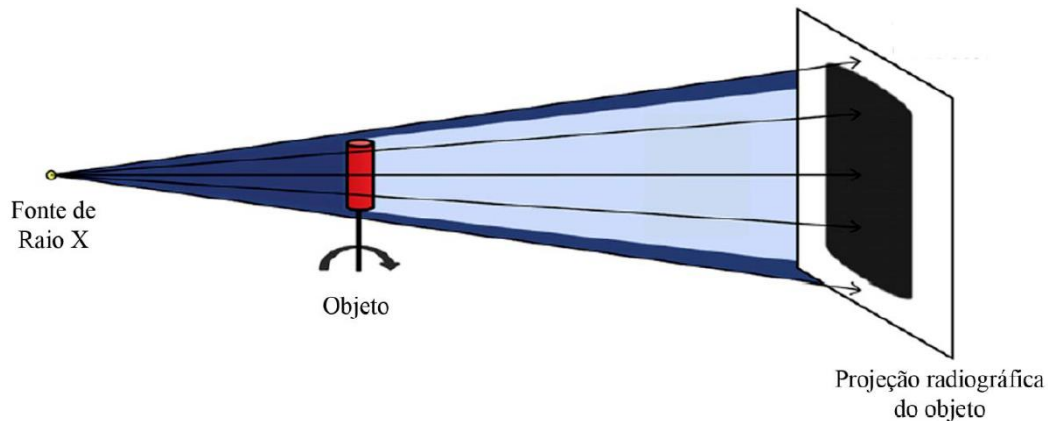


Figura 3.7: Diagrama básico de um sistema de microtomografia, onde um objeto gira em torno de seu eixo enquanto as radiografias são projetadas no detector em diferentes ângulos (CNUdde e BOONE, 2013)

De acordo com a equação 3.3 podemos dizer que: os fótons incidem no objeto atravessando-o ao longo de um determinado caminho L em que será realizada a integração (MACHADO, 2015). Encontrando a função $\mu(x, y)$ a partir das atenuações que são medidas ao longo dos diferentes caminhos, tem-se que:

$$P = -\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = \int_L \mu(x, y) dl \quad (3.4)$$

Onde P é a integral de linha do coeficiente de atenuação linear ao longo do caminho percorrido pelo feixe, podendo ser calculada pelo logaritmo natural da razão entre a intensidade do feixe que atravessa o material e o feixe incidente (HSIEH, 2009 *apud* TELES, 2016).

A integral de linha que define a projeção pode ser escrita na forma de uma transformada conhecida como Transformada de Radon¹⁰. Redefinindo a função $\mu(x, y)$ em coordenadas polares (p, φ) e integrando a equação 3.4:

$$f(p, \varphi) = \int_{L(p, \varphi)} g(r, \varphi) dl \quad (3.5)$$

Onde: p é a distância perpendicular a partir da origem à linha L , e φ é o ângulo que a normal faz com o eixo ($\varphi = 0$).

A soma de todos os coeficientes de atenuação em uma determinada direção é conhecida como raio soma. O alinhamento de todas as projeções ao longo de uma matriz é conhecido como sinograma. Diversas projeções não configuram efetivamente uma tomografia. É preciso construir um volume, a partir dessas projeções, através de um algoritmo de reconstrução. A geometria do feixe de raios X utilizado é fundamental para determinar o algoritmo a ser utilizado.

Em sistemas de tomografia que utilizam um feixe de cônico (figura 3.8) o algoritmo mais utilizado é o de Feldkamp (FDK) baseado na retroprojeção filtrada (FBP¹¹). Essa geometria de feixe permite a reconstrução de um espaço 3D diretamente dos dados de projeções 2D (ao invés de reconstruir fatia por fatia). O formalismo matemático para a obtenção do algoritmo de FDK é demonstrado em diversas bibliografias tais como HSIEH (2009), BUZUG (2008) E FELDKAMP et al. (1984). Para o estudo, basta a sua enunciação pela equação 3.6.

$$f(x, y, z) \int_0^{2\pi} \frac{R^2}{(R+x \cos \theta + y \sin \theta)^2} \tilde{P}(\theta, a(x, y, \theta), b(x, y, z)) d\theta \quad (3.6)$$

Onde $\tilde{P}(\theta, a, b)$ é o termo que representa a projeção filtrada.

¹⁰ Essa transformada é um operador matemático que, atuando em uma função $f(x, y)$, leva à função $f(p, \varphi)$.

¹¹ Do inglês *filtered backprojection*.

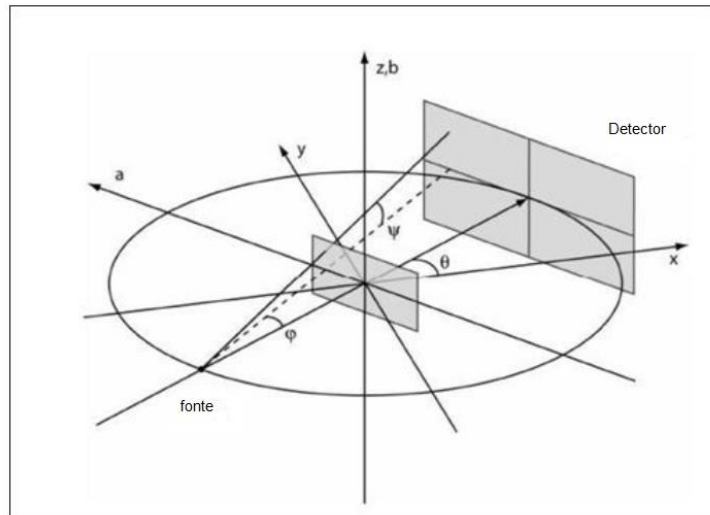


Figura 3.8: Geometria do feixe cônico (adaptado de FORSBERG, 2008).

Após a reconstrução a imagem é exibida em forma de uma matriz digital $N \times M$ pixels¹². Para cada valor de pixel é designado um valor de cinza proporcional a $\mu(x, y)$, ponto a ponto. Dessa maneira, a região mais densa aparece mais clara e a região menos densa aparece mais escura. Dos 256 níveis de cinza é considerado 0 para o preto e 255 para o branco. Os valores intermediários equivalem aos níveis de cinza propriamente ditos. A figura 3.9 mostra o resultado obtido após a reconstrução.

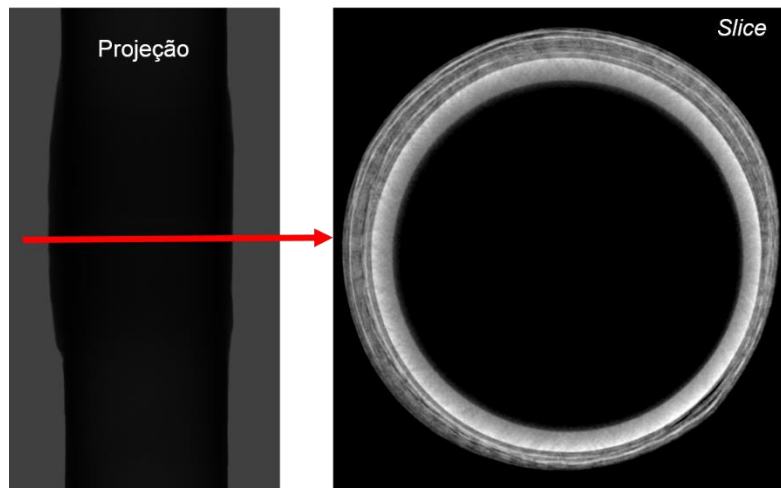


Figura 3.9: Representação da projeção e de um corte (*slice*) transversal reconstruído (acervo próprio).

¹² Na realidade, a radiação, quando atravessa um objeto, passa por um volume, e não por um plano. A fatia irradiada é dividida em unidades de volume que aparecem no computador como um pixel. No entanto, esse pixel representa no plano bidimensional uma unidade de volume, ou seja, um voxel.

3.4. SOBRE A IMAGEM DIGITAL

Uma imagem é dita digital quando é constituída por um número finito de elementos, cada um dos quais tem um determinado local e valor. Esses elementos são conhecidos como *pixels*, ou elementos de imagem. Segundo GONZALEZ & WOODS (2002) o pixel é o menor elemento num dispositivo de exibição. O conjunto de *pixels* forma a imagem inteira e cada elemento é representado por um valor numérico em um tom de cinza.

Pode-se representar uma imagem bidimensional como uma função $f(x, y)$, onde x e y são as coordenadas espaciais. A amplitude de f em qualquer par de coordenadas (x, y) é a intensidade ou nível de cinza da imagem nesse ponto. A equação 3.7 relaciona o valor de pixel $f(x, y)$ nas coordenadas (x, y) .

$$f(x, y) = i(x, y)t(x, y) \quad (3.7)$$

Onde $0 \leq i(x, y) \leq I_{max}$ é a intensidade de fótons incidentes no detector. I_{max} é a intensidade máxima da fonte de radiação e $0 \leq t(x, y) \leq 1$ é a transmitância da fonte radial. O número de níveis de cinza da imagem $f(x, y)$ é fornecido por $L = 2^b$, onde L é o número de tons de cinza da imagem e b a profundidade da imagem.

Em três dimensões a amostragem e quantização são representadas em coordenadas (x, y, z) , onde x , y , e z correspondem ao espaço. A imagem é representada como uma sequência de imagens 2D ao longo do eixo espacial z e o menor elemento passa a ser chamado *voxel* (Figura 3.10).

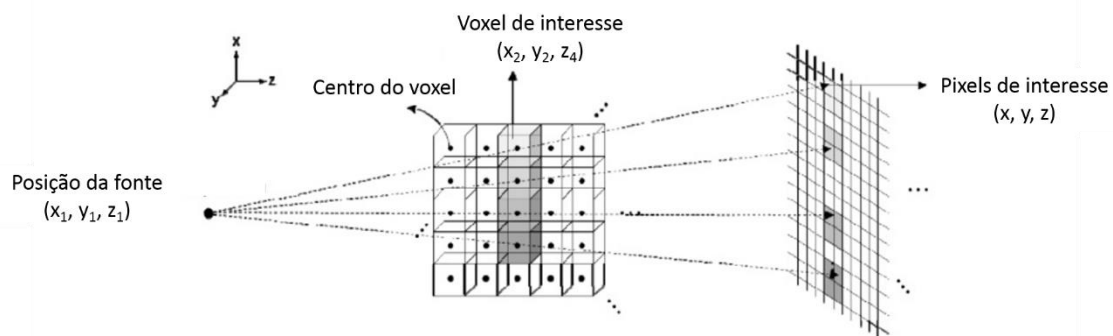


Figura 3.10: Representação de voxel e pixel (traduzido de CHOI *et al.* (2015)).

3.5. MATERIAIS COMPÓSITOS

A definição mais simplória que se tem sobre materiais compósitos estabelece esse tipo de material como a mistura de dois ou mais componentes, ou fases distintas. De outra maneira, segundo CALLISTER (2002): “é qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades”.

De maneira geral, os compósitos são considerados naturais ou sintéticos. Existe uma série de outras classificações decorrentes dos tipos e arranjos dos reforços (Figura 3.11), bem como da composição da matriz. Os reforços podem ser de fibras ou partículas¹³ e as matrizes podem ser poliméricas (termorrígidas ou termoplásticas), cerâmicas e carbonosas ou metálicas. O nosso estudo está baseado em compósitos sintéticos de matriz polimérica com reforço de fibras. Mais especificamente, em compósitos de matriz polimérica termorrígida reforçados por fibra de vidro. É o que estudaremos a seguir.



Figura 3.11: Proposta de classificação hierárquica de compósitos sintéticos e naturais (LEVY & PARDINI, 2016).

¹³ Incluindo nanopartículas.

3.5.1. Matrizes poliméricas termorrígidas: Epóxi

A escolha do tipo de matriz a ser utilizada na manufatura do compósito se prende, primeiramente, à aplicação a que este se destina e ao processo de obtenção. As matrizes poliméricas são as mais utilizadas para a confecção de materiais compósitos (LOPES, 2017). E dentre estas, as termorrígidas, tais como poliéster e epóxi.

As resinas epóxi são matérias-primas em vários setores industriais e apresentam aplicações de maior relevância em recobrimentos protetivos, adesivos, equipamentos elétricos e encapsulados eletrônicos. Suas características básicas são: baixa viscosidade, alta velocidade de cura, baixa contração durante a cura, alto poder adesivo, boas propriedades mecânicas e elétricas, isolante, boa resistência mecânica a agentes químicos e à corrosão (RODRIGUES, 1991).

É definida como uma molécula que contém mais de um grupo epóxi terminal. Esses grupos podem estar situados internamente, terminalmente ou em estruturas cíclicas. A epóxi mais utilizada tem como base o diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA), demonstrado na figura 3.12, e é sintetizada a partir de uma reação entre a epocloridrina e o bisfenol-A. As unidades de repetição (n), variam de 0 a 25, podendo ser obtidas resinas líquidas de baixa viscosidade ($0 < n < 1$), até resinas sólidas ($n > 1$). Outro tipo de epóxi também pode ser obtida com características multifuncionais, como por exemplo, as resinas glicidil éter de novolaca, glicidil de aminas trifuncionais ou tetrafuncionais¹⁴.

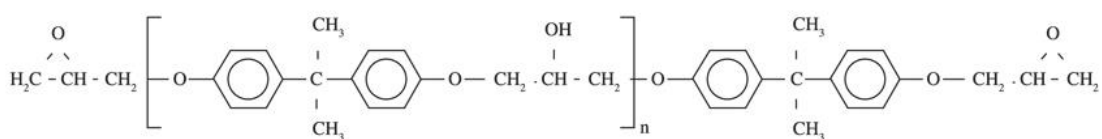


Figura 3.12: Estrutura química da resina epóxi diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA) (LEAL *et al*, 2012)

¹⁴ A alta viscosidade dessas resinas à temperatura ambiente permite que pré-impregnados desses polímeros tenham boa adesibilidade e conformabilidade a superfícies complexas quando da moldagem.

Para obter ótimas propriedades, é necessário o entrelaçamento da resina epóxi numa rede tridimensional insolúvel e infusível. Esse processo, conhecido como cura, conduz à mudança de propriedades de uma resina através de reação química.

Uma variedade de agentes de cura são empregados no processamento dessas resinas (adequados aos ciclos de processamento). O tipo de agente de cura utilizado determina o tipo de reação de cura que ocorre, influencia a cinética de cura e o ciclo de processamento, que irão afetar as propriedades do material curado.

Os agentes de cura podem ser divididos em aminas alifáticas (altamente reativas), e aminas aromáticas (menor reatividade). A diferença na reatividade implica no tempo de utilização durante o processamento. As aminas alifáticas são líquidas e voláteis à temperatura ambiente enquanto que as aminas aromáticas são endurecedores de cura a quente (150 – 180 °C) e permitem longo tempo de manuseio.

A relação epóxi/endurecedor afeta, após a cura, a transição vítrea, o módulo elástico e a resistência mecânica. A resistência à tração de sistemas epóxi curados varia de 40 a 90 MPa, enquanto o módulo elástico varia de 2,5 a 6,0 GPa, com a deformação de ruptura variando na faixa de 1 a 6%. A resistência à compressão é 100 a 220 MPa (LEVY & PARDINI, 2016).

A cura de termorrígidos exige conhecimento da cinética química para que o ciclo de cura seja otimizado. Os parâmetros que definem o ciclo de cura determinam as propriedades físicas finais do polímero. Segundo STARK *et al.* (1985) os parâmetros que devem ser determinados em um ciclo de cura são o número de patamares isotérmicos de temperatura, a taxa de aquecimento entre os patamares, a pressão na qual a cura deve ocorrer e o tempo total do ciclo de cura.

3.5.2. A Fibra de Vidro como reforço

Uma das primeiras etapas na construção de materiais compósitos é a definição da matriz a ser utilizada. Em seguida, duas possibilidades distintas, quanto à definição da macrofase para consolidação do produto final, são esperadas: pode-se incorporar à matriz uma ou mais fases que efetivamente tenham finalidade reforçante, provocando aumento da rigidez e resistência mecânica; ou o material incorporado tenha atuação

mais acentuada como carga. Como consequência tem-se que: a incorporação do reforço resulta em um compósito com propriedades estruturais significativamente superiores às apresentadas pela matriz propriamente dita. Adicionar à matriz um material, normalmente de baixa massa específica e de custo reduzido, aumenta o volume do compósito, atuando como uma carga e, conseqüentemente, reduzindo o peso e o custo do componente.

As fibras são um meio efetivo de reforço porque apresentam menor número de defeitos em relação à sua forma mássica. Isso porque quanto mais finos, os materiais tendem a apresentar menor número de defeitos que possam induzir a falhas fazendo com que a resistência se aproxime mais da resistência teórica do material. Comercialmente, as fibras são produzidas por três processos: fiação por fusão, fiação a úmido e fiação a seco. São as fibras ou filamentos que efetivamente suportam carregamento mecânico. Entretanto, necessitam ser aglutinadas e estabilizadas por uma matriz para que tenham utilidade estrutural. Isoladamente, só resistem a esforços de tração e, por serem muito esbeltas, não se mantem estáveis geometricamente sob reduzidos esforços de compressão, flexão e torção (LEVY & PARDINI, 2016).

Em compósitos com matriz polimérica o tipo de fibra mais utilizado é a fibra de vidro, principalmente, pelo custo baixo, alta resistência à tração e grande inércia química (FREIRE, *et al.*, 1994). Contudo, esse tipo de fibra apresenta baixo módulo de elasticidade, autoabrasividade e baixa resistência à fadiga. As fibras de vidro são isotrópicas, apresentam módulo de elasticidade idênticos nas direções axial e transversal ao filamento. As fibras de vidro podem ser produzidas na forma de filamentos contínuos ou na forma de fibras picadas. Algumas composições para fibras de vidro podem ser observadas na tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição de fibras de vidro utilizadas na manufatura de compósitos*.

Constituintes	SiO₂	Al₂O₃	B₂O₃	MgO	CaO	Na₂O
Vidro E	55,2	14,8	7,3	3,3	18,7	---
Vidro C	65	4	5	3	14	8,5
Vidro S	65	25	---	10	---	---

*Fonte: LEVY & PARDINI, 2016.

As propriedades da fibra são influenciadas pela composição do vidro, conforme demonstra a tabela 3.2. O desempenho das fibras de vidro do tipo E é satisfatório em ambientes aquosos neutros, mas se degradam em ambientes ácidos e alcalinos. As fibras de vidro C são utilizadas na forma de véu para barreiras químicas em equipamentos e reservatórios químicos. Já as fibras do tipo AR são usadas para reforço de cimento.

Tabela 3.2 – Propriedades dos tipos de fibras de vidro utilizadas como reforço em compósitos*.

Tipo de fibras cerâmicas	Vidro E	Vidro S	Vidro AR
Massa específica (g/cm ³)	2,54	2,55	2,70
Modulo de elasticidade (GPa)	70	86	75
Resistencia à tração (GPa)	2,40	2,80	1,70
Módulo específico (Mm)	27	34	34
Preço (US\$/kg)	1,65 – 2,20	13,0 – 17,5	---
Preço (US\$/kg tecido)	10 – 20	20 – 40	---

*Fonte: LEVY & PARDINI, 2016.

As fibras de reforço são comercializadas na forma de *rovings* (filamento contínuo), tecidos, mantas ou estruturas multidirecionais. A escolha da fibra baseia-se nos requisitos de projeto do produto final, levando-se em consideração que as propriedades mecânicas finais dos compósitos serão influenciadas não somente pelo tipo de fibra, mas por sua atividade superficial.

3.5.3. Processos de fabricação de compósitos com matriz polimérica

O processamento de compósitos é denominado moldagem. Processar um compósito é impregnar o reforço com uma determinada matriz, de tal forma que, ao final do processo, o componente sólido, com geometria bem definida, esteja praticamente em condições de ser utilizado. O cuidado durante o processamento aumenta a

qualidade do compósito fazendo com que reparos posteriores (usinagem ou desbaste) sejam minimamente necessários. O tipo de geometria a ser obtido, a matéria prima, reforço e matriz determinam o processamento mais adequado. Dessa forma, a manufatura do material ocorre ao mesmo tempo em que o componente é submetido à moldagem. Os métodos de processamento podem ser manuais e automatizados e a moldagem pode ser efetuada em molde aberto ou fechado.

Compósitos poliméricos apresentam facilidade em seus processos de manufatura porque não envolvem necessariamente o emprego de altas pressões de moldagem e nem de altas temperaturas. Todos esses atrativos reduzem o custo relativo de sua produção (ALMEIDA, 2004). Outra característica é a composição molecular dos compósitos poliméricos que faz com que exibam maior tenacidade à fratura que seus pares metálicos ou cerâmicos.

O que diferencia os processos de fabricação de compósitos poliméricos são os processos de transformação físico-química a que são sujeitas as matrizes durante a fase de moldagem. Os ciclos de processamento podem variar de minutos a horas, em função do tipo de matriz utilizada.

3.5.3.1. Moldagem manual (*hand lay-up*)

A simplicidade da moldagem manual não envolve nenhum investimento em equipamentos de processo para a manufatura. Esse processo é realizado pela disposição e empilhamento do reforço, na forma de mantas bidirecionais e/ou tecidos, em orientações predeterminadas, sobre o molde (Figuras 3.13 e 3.14). O processo manual pode descrito da seguinte maneira:

O processo se inicia pelo tratamento da superfície do molde pela aplicação de um produto desmoldante, para remoção da peça após a cura. A cada camada de reforço sobreposta é efetuada a impregnação com a resina pré-formulada com agente endurecedor adequado. A espessura do componente moldado é obtida pelo número de camadas sobrepostas. A cura se processa à temperatura ambiente ou em estufa, dependendo do tipo de resina utilizada ou da necessidade de pós-cura (LEVY & PARDINI, 2016, pp. 189).

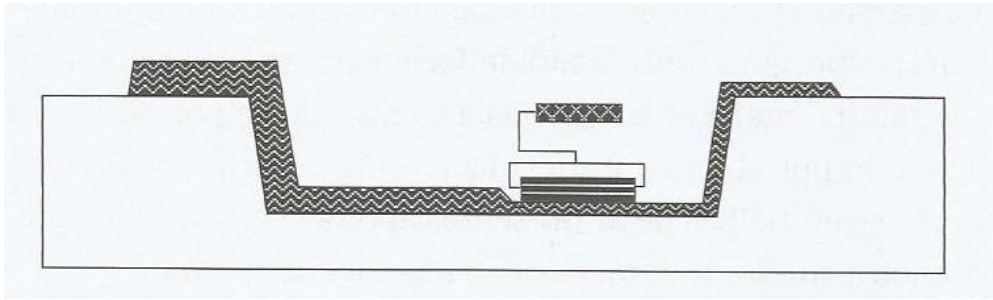


Figura 3.13: Processo de moldagem manual (Adaptado de LEVY & PARDINI, 2016).

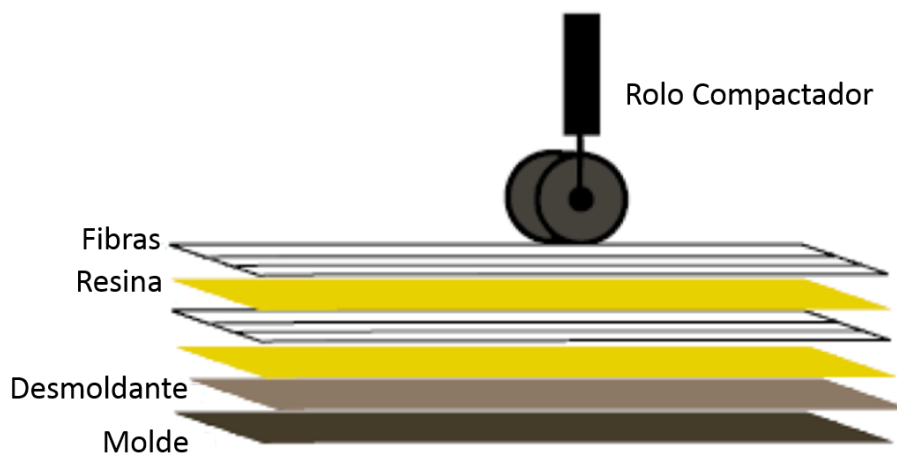


Figura 3.14: Esquema do processo de fabricação por laminação manual (SOBRINHO, 2009).

Esse tipo de processamento resulta em compósitos sem compromisso estrutural com fração volumétrica de reforço menor que 40% e frações volumétricas de vazios de cerca de 15% (LEVY & PARDINI, 2016). Por esse motivo, recomenda-se a pesagem das fibras que serão utilizadas para que, através do valor de sua densidade, possa ser determinado seu volume. Com base nessas informações, pode-se estimar as frações volumétricas e de massa das fibras e da matriz.

3.5.4. Qualificação e certificação para compósitos

Ao longo dos anos, vários critérios de falhas específicas para materiais compósitos têm sido descritos pela literatura para prever a resistência estática desses materiais¹⁵. Entretanto, nenhuma delas tem demonstrado a exatidão necessária para prever o início de danos que permeiam uma grande faixa de condições de carregamento, configurações e vínculos estruturais. A ausência de critérios e modelos de degradação de falha aceitáveis para prever trincas iniciais e sua propagação, traz a base de análise para a metodologia de admissíveis de projeto (*design allowables*)¹⁶, que são apoiados por uma ampla evidência de testes. Alguns procedimentos podem ser encontrados em LEVY & PARDINI, 2016; BOGUCKI et al., 2007.

As propriedades de admissíveis de projeto são baseadas na utilização de materiais com qualidade adequada para realização dos ensaios mecânicos. A figura 3.15 demonstra o procedimento para obtenção de corpos de prova para determinação de admissíveis de projeto garantindo a qualidade mínima do material produzido.

A inspeção visual é a primeira etapa para identificar se há defeitos característicos como distorção de fibras, bolhas superficiais e áreas secas de impregnação. Outras duas modalidades (neste caso, de inspeção instrumental) são utilizadas: ultrassom na modalidade C-scan e tomografia computadorizada. Esse tipo de inspeção serve para identificação de porosidades e defeitos de delaminação/descolamentos internos ao material.

A inspeção por ultrassom ainda é a ferramenta mais comum e mandatória para estruturas manufaturadas em materiais compósitos. Entretanto, a microestrutura desses materiais é um grande desafio, para a técnica de ultrassom, devido à sua heterogeneidade e anisotropia – fatores que contribuem para a perda de energia ultrassônica pelos fenômenos de atenuação: espalhamento e absorção (ALMEIDA, 2016). Nesse sentido, as técnicas de inspeção que utilizam radiação ionizante (X ou γ) são mais promissoras, pois se aproveitam dessas características para fornecer um bom contraste de imagem, melhorando a detecção de defeitos internos.

¹⁵ Incluindo a abordagem micromecânica e a teoria de falha da primeira camada.

¹⁶ Indústrias aeronáutica e aeroespacial utilizam-se de admissíveis de projeto.

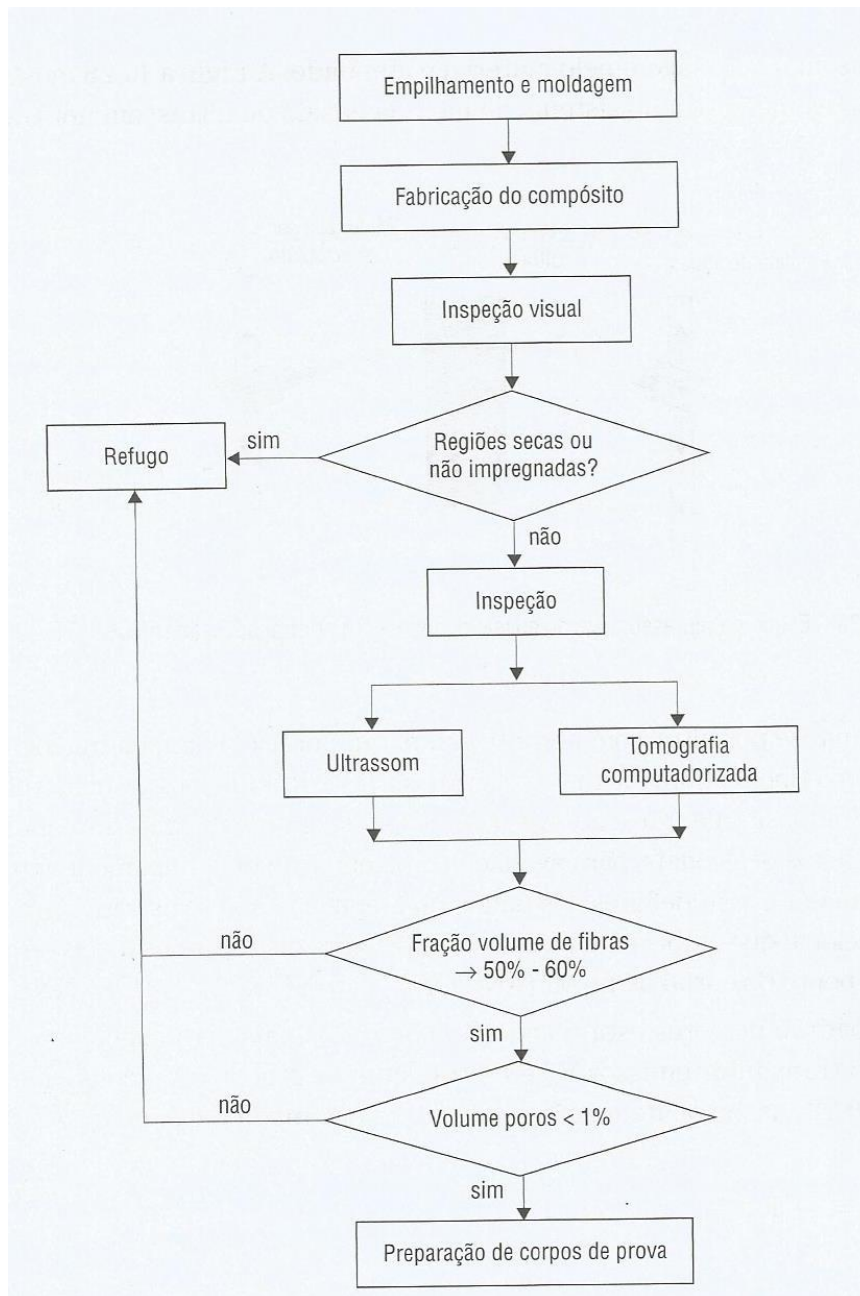


Figura 3.15: Diagrama esquemático do procedimento básico de avaliação da qualidade de preparação de corpos de prova para determinação de admissíveis de projeto (LEVY & PARDINI, 2016).

O teste radiográfico mede diferenças locais na atenuação radiográfica que são principalmente causadas por diferenças na espessura e densidade. Essas diferenças podem fornecer uma indicação de defeitos. Principais defeitos detectáveis: variações de espessura, delaminações, áreas com falta de adesivo, vazios, trincas, desalinhamento axial e etc (Lockard, 2015). Contudo, a técnica radiográfica não é sensível à rugosidade superficial, mas sim à orientação do defeito. Tensões baixas a médias são mais

adequadas para inspeção em compósitos poliméricos. Portanto, os parâmetros do teste radiográfico (tensão, corrente e tempo de exposição) devem ser ajustados de modo que a maior quantidade de informação possível possa ser extraída (OLIVEIRA, 2010).

As técnicas de TC e microCT permitem visualizar estruturas do objeto inspecionado e gerar informações 3D sobre a sua geometria. Além disso permitem trabalhar em diferentes escalas de observação de modo que os resultados são bastante confiáveis. A RD pode ser utilizada em campo. Entretanto, a TC e microCT ainda não são utilizadas para inspeção de dutos PRFV em campo devido a implicações de geometria. Pesquisas têm sido realizadas para a construção de sistemas de TC e microCT que atendam à essas necessidades e, certamente contribuirão com os resultados encontrados pelo teste radiográfico (Aidi et al., 2015; Bayraktar et al., 2008).

O capítulo a seguir dá continuidade à formação da estrutura desse texto, trata do arranjo experimental, dos materiais utilizados e da metodologia aplicada.

CAPÍTULO 4

MATERIAIS E MÉTODOS

“O que caracteriza o método científico é a procura da verdade e não a verdade em si. A sua configuração da realidade pode ser questionada e todos têm o privilégio da repetitividade, desde que os materiais e os métodos sejam os mesmos.”

(Carlos Castro)

Esse capítulo é de extrema importância para o comprometimento dos resultados. Cada material utilizado apresenta uma função individual, e a metodologia aplicada tem o papel de unificá-los. É preciso trabalhar em conjunto.

4.1. CORPOS DE PROVA DE PRFV

As amostras utilizadas nos ensaios de RD, TC e microCT são juntas laminadas em material polimérico (matriz epóxi) reforçadas por fibra de vidro. Foram utilizados quatro corpos de prova (Figura 4.1), com diâmetros nominais de 4 e 6 polegadas.



Figura 4.1: Corpos de prova. Da esquerda para a direita: Junta 1, Junta 2, Junta 3 e Junta 4.

Os corpos de prova foram fabricados e cedidos pelo Laboratório de Ensaio Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (LNDC) da COPPE/UFRJ. Etapas do procedimento de fabricação podem ser observadas na Figura 4.2, e suas especificações estão descritas na tabela 4.1.

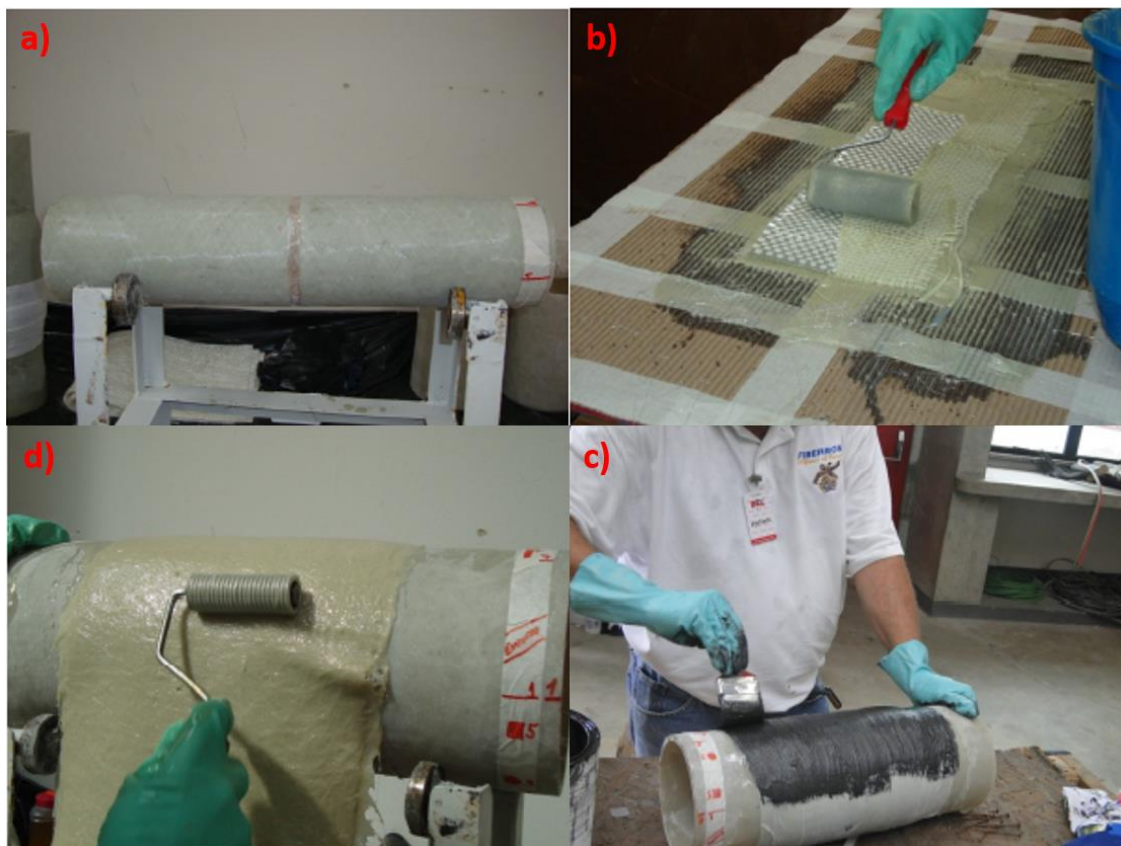


Figura 4.2: a) Aparência dos dutos unidos através de solda polimérica antes da aplicação das camadas laminadas. b) Processo de laminação manual. c) Deposição das camadas laminadas sobre os dutos. d) Acabamento superficial após a cura da resina. (adaptado de ALMEIDA, 2016).

Tabela 4.1 – Identificação dos corpos de prova.

Identificação	Diâmetro nominal (mm)	Espessura aproximada (mm)	Simulação de defeitos
Junta 1	101,6 (4")	mín. 13, máx. 27	Não
Junta 2	101,6 (4")	mín. 10, máx. 30	Sim
Junta 3	152,4 (6")	mín.18 , máx.33	Sim
Junta 4	152,4 (6")	mín. 18 máx. 33	Não

Nas Juntas 2 e 3 foram simulados alguns defeitos que comumente são provocados pelo processo de moldagem manual, ou durante a vida útil do material. Para simular defeitos de descolamento duto/laminado foram inseridas fitas de acetado na superfície dos dutos (Figura 4.3-a). Para simular defeitos de delaminação foram inseridas fitas de acetato de variados tamanhos e em diferentes profundidades, aplicadas entre diferentes camadas de mantas (Figura 4.3-b). Um mapa das fitas inseridas entre as mantas das juntas 2 e 3 é demonstrado nas tabelas 4.2 e 4.3.

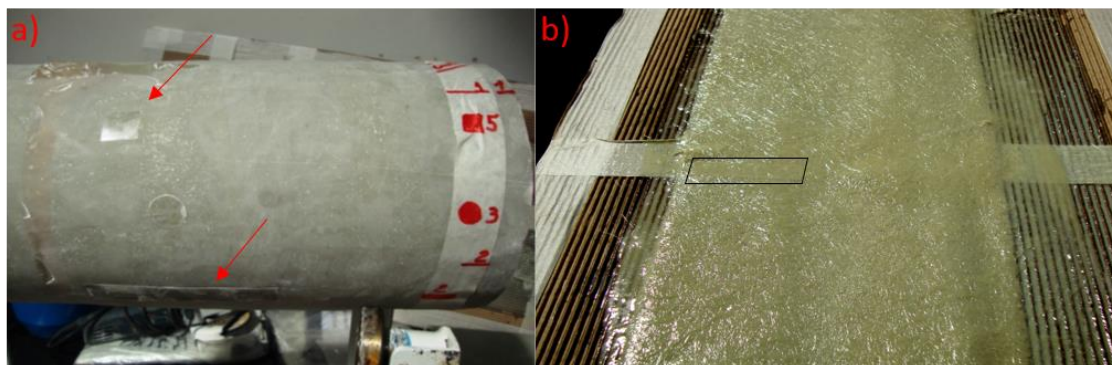


Figura 4.3. Ilustração das fitas de acetato para simulação de defeitos nos corpos de prova. a) Descolamento duto-laminado (setas vermelhas). b) Delaminação entre camadas (retângulo preto) (Adaptado de ALMEIDA, 2016).

Tabela 4.2 – Fitas de acetato inseridas na Junta 2.

Identificação	Formato	Posição	Comprimento (mm)	Largura (mm)
1	Retangular	Entre mantas 1 e 2	80	17
2		Entre mantas 2 e 3	80	17
3		Entre mantas 3 e 4	49	16
4		Entre mantas 4 e 5	66	17
5		Entre mantas 5 e 6	75	19
6		Entre mantas 6 e 7	67	18

Tabela 4.3 – Fitas de acetato inseridas na Junta 3.

Identificação	Formato	Posição	Comprimento (mm)	Largura (mm)
1	Retangular	Entre mantas 1 e 2	8	1,6
2		Entre mantas 2 e 3	8	1,6
3		Entre mantas 3 e 4	8	1,6
4	Quadrado	Entre mantas 4 e 5	1,6	1,6
5		Entre mantas 5 e 6	1,6	1,6

4.2. SOBRE A INSPEÇÃO

Os corpos de prova foram inspecionados através das técnicas de Radiografia Digital, Tomografia Computadorizada e Microtomografia Computadorizada com o objetivo de investigar a região laminada das juntas.

4.2.1. Radiografia Digital

O objetivo da inspeção radiográfica foi a avaliação dos defeitos inseridos intencionalmente nas juntas através das fitas de acetato. Para o ensaio foi utilizado um sistema de radiografia digital contendo: 1 tubo de raios X, do fabricante Yxlon - modelo TU 160-D05, com ponto focal de 1 mm, potência máxima de 1000 W, tensão máxima de 160 kV e corrente máxima de 6,25 mA. O detector utilizado é um *Flat Panel* do tipo silício amorfo (aSi) – modelo DXR250V, fabricado pela GE Inspection Technologies, com tamanho de pixel de 200 μm .

Os corpos de prova foram posicionados em cima de uma mesa dotada de um sistema de rotação controlado pelo software Arduino. Dessa maneira, a rotação da amostra, para obter as projeções radiográficas, ocorreu de maneira automatizada.

O software utilizado na aquisição é fornecido pelo fabricante do detector e controla o funcionamento do Flat Panel. Em sua interface é possível selecionar o ganho do detector, quantidade de frames e tempo de aquisição de cada imagem. Os parâmetros de exposição foram: tensão de 70 kV, corrente de 5 mA, tempo de aquisição de 1 s, 5 frames, distância fonte-objeto de 940 mm e distância fonte-detector de 1200 mm. Os parâmetros de tensão e corrente foram escolhidos com base no nível de cinza máximo alcançado pelo detector (14 bits = 16384 níveis de cinza). O arranjo experimental é demonstrado na figura 4.4. As radiografias foram analisadas através do software *ISee!* (v1. 10.2-demo).

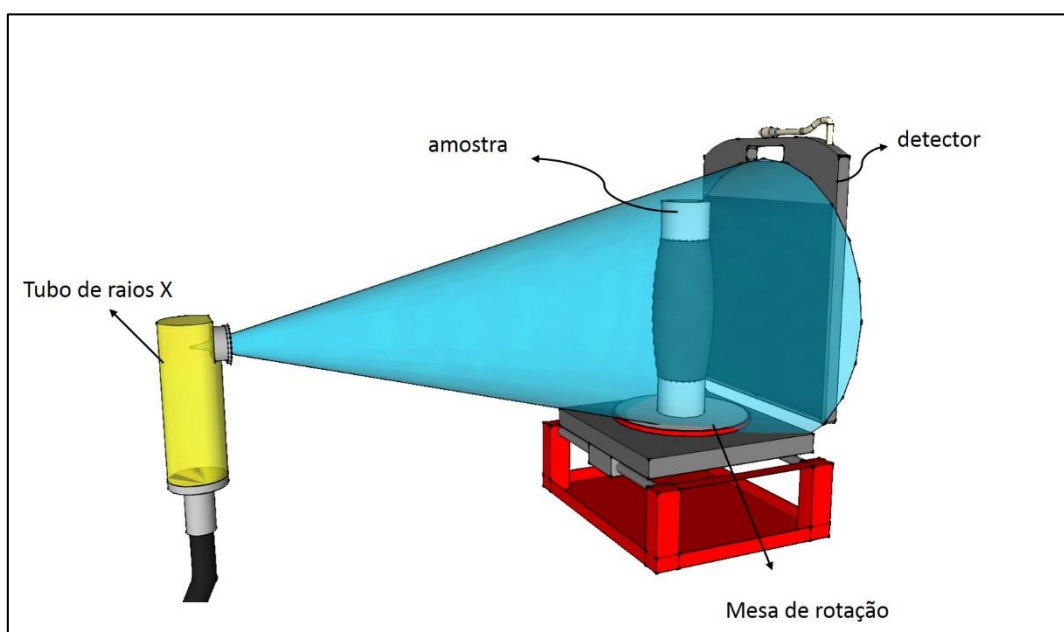


Figura 4.4: Esquema representando o arranjo experimental.

4.2.2. Tomografia Computadorizada

O esquema experimental descrito na figura 4.4 foi o mesmo utilizado para essa etapa e os parâmetros de exposição foram mantidos de acordo com a radiografia. O objetivo dessa etapa é fornecer imagens em 3D e quantificar volumetricamente as estruturas observadas anteriormente pela técnica radiográfica. Dessa maneira, foram realizadas 361 radiografias de cada junta com passo angular de 1° de modo a otimizar o tempo total de aquisição.

A obtenção das radiografias foi o primeiro passo para realizarmos a tomografia. O passo seguinte foi realizar a reconstrução dessas imagens para obter um volume a ser analisado. O software utilizado para esta reconstrução foi o NRecon (Bruker v. 1.6.9.4), que é próprio para reconhecer dados fornecidos diretamente por um sistema de microtomografia específico. Assim, as informações obtidas do processo radiográfico precisaram ser adaptadas para serem reconhecidas pelo software de reconstrução. Para tal, um *log file*¹⁷ foi criado com base nas informações do arranjo utilizado na radiografia. A figura 4.5 demonstra um modelo de *log file* utilizado, onde cada um dos parâmetros fornecidos influencia na leitura feita pelo NRecon.

```
[System]
Scanner=LIN1
Instrument S/N=11D05017
Hardware version=A
Software=Version 1. 6 (build 8)
Home directory=C:\LIN1\
Source Type=YXLON 160
Camera=FlatPanel Sensor
Camera Pixel Size (um)=200.0
CameraXYRatio=1.0000
Incl.in lifting (um/mm)=0.3680
[Acquisition]
Data directory=C:\Users\microct\Desktop\Cintia
Filename Prefix=Cintia_
Number of Files= 0361
Source Voltage (kV)= 70
Source Current (uA)= 5000
Number of Rows= 2048
Number of Columns= 2048
Image crop origin X= 0
Image crop origin Y=0
Camera binning=1x1
Image Rotation=0.0600
Gantry direction=CC
Number of connected scans=1
Image Pixel Size (um)= 156.67
Object to Source (mm)=940.000
Camera to Source (mm)=1200.000
Vertical Object Position (mm)=5.000
Optical Axis (line)=1024
Filter=no filter
Image Format=TIFF
Depth (bits)=14
Screen LUT=0
Exposure (ms)= 1000
Rotation Step (deg)=1.000
Frame Averaging=ON (5)
Random Movement=OFF
Use 360 Rotation=YES
FF updating interval=0
Geometrical Correction=OFF
Camera Offset=OFF
Median Filtering=OFF
Flat Field Correction=OFF
Rotation Direction=CC
Scanning Trajectory=ROUND
Type Of Motion=STEP AND SHOOT
Study Date and Time=Jun 29, 2015 16:09:59
Scan duration=02:30:00
[Reconstruction]
```

Figura 4.5: Exemplo de *log file* utilizado para reconstrução no NRecon.

¹⁷ Documento de texto com informações sobre a aquisição, tais como tensão, corrente, tamanho de pixel etc.

Uma vez que o NRecon reconhece os dados de entrada, a etapa seguinte é definir os requisitos para a reconstrução. Na interface do software é possível ajustar alguns parâmetros para que o resultado final da reconstrução possa ser melhorado. Os limites de mínimo e máximo do histograma de distribuição do coeficiente de atenuação das imagens são estimados (figura 4.6). Os valores abaixo do mínimo são convertidos para tons de cinza com valor igual a 0 e os valores acima do valor máximo são convertidos para tons de cinza igual a 255.

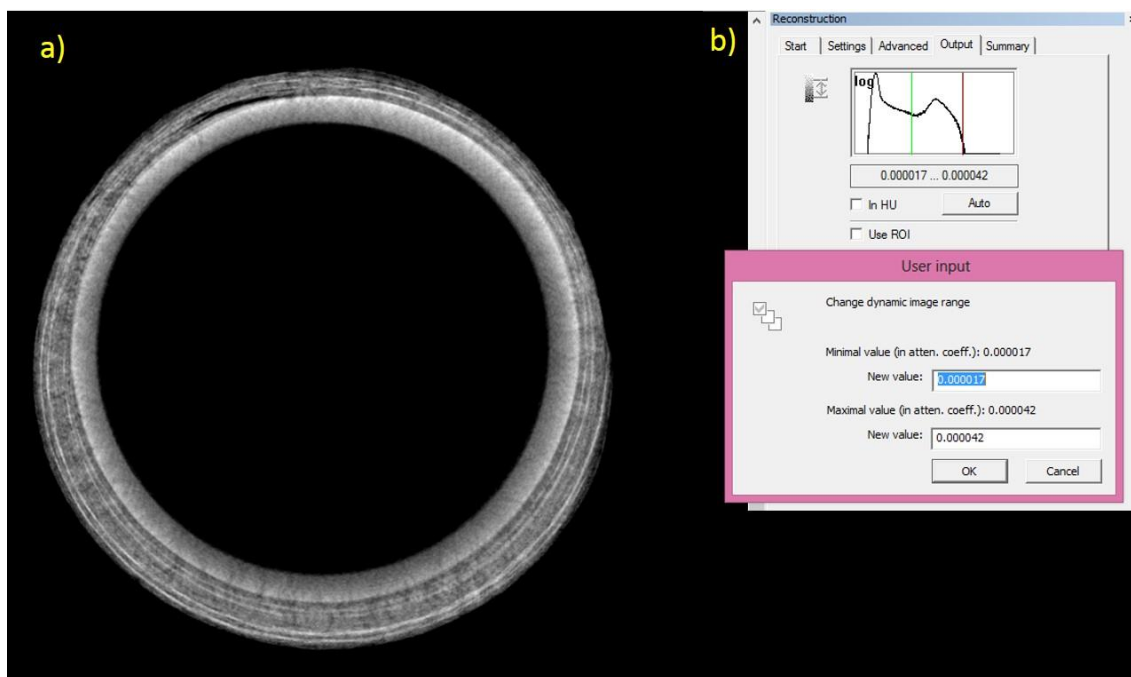


Figura 4.6: (a) pré-visualização de uma fatia transversal da amostra. (b) histograma do coeficiente de atenuação com os valores de máximo e mínimo.

Além do histograma, outros parâmetros podem ser ajustados manualmente. São eles: *Smoothing* (nível de suavização), *Misalignment compensation* (compensação de desalinhamento), *Beam hardening* (endurecimento do feixe) e *Ring artifacts* (artefatos de anel).

O *smoothing* é aplicado à projeção e suaviza cada pixel de acordo com os seus vizinhos. Calcula a média dos pixels vizinhos mantendo um padrão e é capaz de reduzir o ruído. O cuidado que deve-se ter é para não introduzir desfoque em estruturas finas. A *misalignment compensation* atua compensando quaisquer diferenças de alinhamento entre a projeção atual e a projeção imediatamente oposta a 180°. O *beam hardening* atua compensando o efeito de endurecimento do feixe por uma transformação linear, compensando a atenuação do centro em relação às bordas. O *ring artifacts* reduz

artefatos de anel causados por variações de sensibilidade entre os pixels do detector definindo um valor médio de correção entre pixels vizinhos. Os parâmetros de correção usados na tomografia computadorizada estão descritos na tabela 4.4. Esses dados são essenciais para a reprodutibilidade das análises. O *smoothing* utilizado foi nulo, pois reduziu consideravelmente a qualidade da imagem devido ao aumento do desfoque. Não foram observados artefatos de anel.

Tabela 4.4 – valores dos parâmetros de correção antes da reconstrução.

Corpos de prova	Misalignment compensation	Smoothing	Ring artifacts	Beam hardening (%)
Junta 1	10	0	0	37
Junta 2	17			
Junta 3	13			
Junta 4	10			

Após esse processo a reconstrução foi realizada. As fatias reconstruídas foram salvas em arquivos 8 bits de extensão *.bmp. A metodologia de análise quantitativa e qualitativa será descrita junto com a microCT, pois foram realizadas de forma equivalente.

4.2.3. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

As informações 2D e 3D dos corpos de prova foram verificadas pelas etapas anteriores. Logo, a microCT foi utilizada para refinar os resultados obtidos.

A microtomografia foi realizada no aparelho V|tome|x M, do fabricante General Electric (GE), demonstrado na figura 4.7. O sistema possui duas fontes de raios X: um tubo direcional aberto microfocado e um tubo de transmissão considerado nanofoco (tamanho focal menor do que 1 μm)¹⁸. O sistema comporta amostras de até 320 mm de diâmetro e 600 mm de altura, e suporta um peso máximo de 20 kg. O tubo de raios X

¹⁸ O tubo de raios X nanofoco não foi utilizado nesse trabalho.

microfoco XS|300d (GE / Phoenix| X-ray) opera em um range de tensão de 10 kV a 300 kV e corrente entre 5 μ A e 3000 μ A. O detector utilizado é do tipo Flat Panel DXR (GE) com tamanho de pixel de 200 μ m e capacidade de produzir até 30 quadros por segundo. Os parâmetros de exposição foram: tensão de 80 kV para as juntas de 4 polegadas (J1 e J2) e de 90 kV para as juntas de 6 polegadas (J3 e J4), corrente de 500 μ A, 5 frames, passo angular de 0,5° através de um ângulo de rotação de 360° gerando 720 imagens em aproximadamente 17 minutos de tempo total. O tamanho de pixel efetivo foi de 116 μ m e 131 μ m para as amostras de 4 e 6 polegadas, respectivamente.



Figura 4.7: Sistema de microCT e nanoCT utilizado.

O software de aquisição (v. 2.5.0.17152) e reconstrução (v. 2.5.0.17152 – RTM) phoenix datos|x fazem parte do pacote fornecido pelo fabricante do equipamento. O processo de reconstrução é parecido com o que já foi descrito anteriormente, mudando apenas a interface que se apresenta mais automatizada.

Após a reconstrução, as fatias foram exportadas em arquivos 8 bits de extensão *dcm. O processo de análise será descrito a seguir.

4.3. ANÁLISES QUANTITATIVAS E QUALITATIVAS

O software (fabricante Bruker) CTAn (v. 1.18.4.0) foi utilizado para calcular parâmetros morfométricos tais como: volume total contido no VOI (TV, mm³), o volume total dos objetos binarizados dentro do VOI (BV, mm³) e percentual de VOI ocupado pelos objetos binarizados (matriz, reforço e defeitos). A interface do software é intuitiva e oferece uma gama de possibilidades de análises, básica ou avançada, dependendo do objetivo a ser alcançado.

Ao abrir as imagens no CTAn é possível identificar a região do tubo, as camadas impregnadas de matriz e reforço e algumas não conformidades presentes na amostra. A etapa seguinte é para a criação da Região de Interesse (ROI) que se refere a uma fatia transversal da amostra. Para cada amostra foi escolhida uma ROI individual. Como as amostras são juntas laminadas, foi necessário interpolar duas regiões de interesse para que o centro (vazio) e a parte do duto (que não é de interesse) sejam descartados da análise. Esse processo facilita a binarização das imagens e evita/reduz a utilização de filtros para remoção de ruídos. O VOI é a soma de todas as fatias transversais e representa o volume sobre o qual todas as análises serão realizadas. A Figura 4.8 demonstra essas etapas.

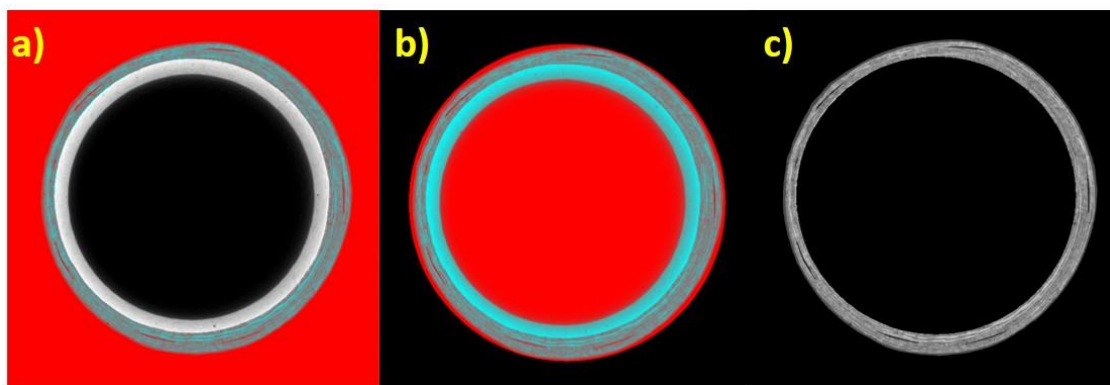


Figura 4.8. a) Região de interesse 1. b) Região de interesse 2. c) Resultado da interpolação das regiões de interesse.

Em seguida é feita uma segmentação (binarização) das imagens. A segmentação particiona uma imagem de acordo com um critério de uniformidade, em regiões ou partes homogêneas, o que pode representar um ou mais objetos de interesse. Os métodos mais simples de limiarização utilizam um único ponto de corte conhecido como *threshold* (TH). Devido à dificuldade de encontrar um TH único para todas as fases do

material, essa etapa foi realizada três vezes, para cada amostra, onde foi utilizado diferentes valores de TH para identificar fases de matriz, reforço e defeitos. Os limiares de TH, nesse método, dependem exclusivamente da experiência do operador. A Figura 4.9 ilustra um exemplo de escolha de *threshold* e a Figura 4.10 apresenta as fases separadas e binarizadas.

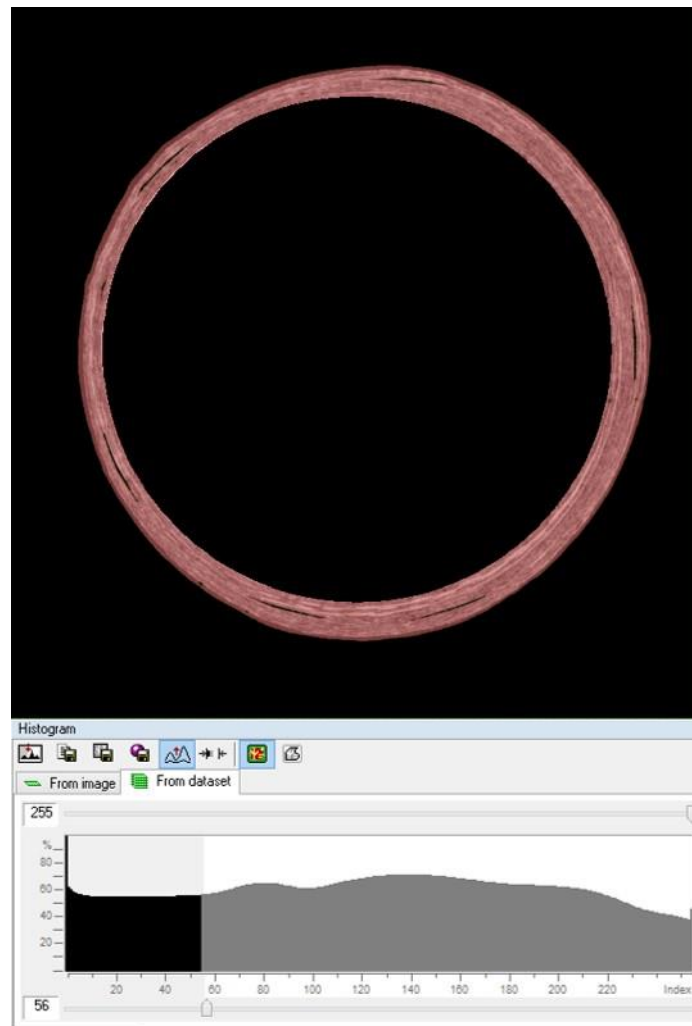


Figura 4.9. Segmentação da amostra para a quantificação e histograma de intensidade dos tons de cinza de todas as seções transversais.

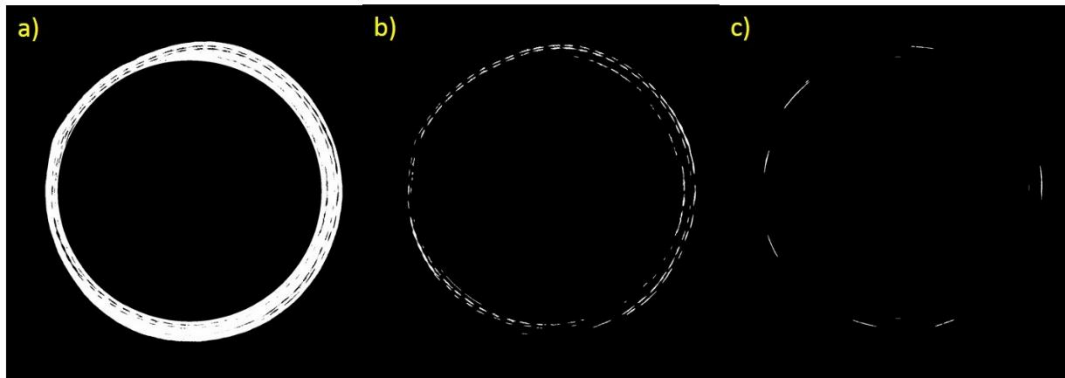


Figura 4.10. Exemplo de fases encontradas nas juntas PRFV. a) Resina. b) Reforço. c) Defeitos.

As etapas anteriores definem as regiões a serem analisadas. O próximo passo é definir de que maneira essas análises serão realizadas. Ainda no CTAn, na aba “*custom processing*” encontram-se *plug-ins* para customizar as análises, onde medições 2D e 3D podem ser realizadas. Nesse estudo, utilizamos as seguintes ferramentas: “*Threshold*” (método global) para aplicar o valor de TH definido na etapa de segmentação, “*Save bitmaps*” para salvar as imagens binarizadas e “*3D analysis*”.

Os coeficientes de atenuação linear dos defeitos apresentam o mesmo nível de cinza (preto). Portanto, com uma análise básica, torna-se difícil diferenciar uma delaminação de um vazio. Por esse motivo, para as análises de microCT, foi verificado o volume relativo dos objetos em relação à espessura. O software CTAn oferece essa possibilidade de análise. O método realiza uma “esqueletização” identificando os eixos mediais de todas as estruturas (nesse caso descontinuidades). Então, a medição de espessura local, ajustada à esfera, é feita para todos os voxels situados ao longo desse eixo. A partir dessas espessuras locais, calcula-se uma espessura média ponderada em volume e a sua distribuição. A espessura local, em um determinado ponto, é definida como o diâmetro da maior esfera que inclui o ponto em que pode ser encaixada completamente dentro da estrutura. Para bolhas não esféricas, a esfera máxima que pode ser encaixada dentro da bolha deve ser menor que o volume da bolha, (Figura 4.11), resultando em um diâmetro de esfera equivalente menor calculado pela medição 3D de objetos individuais.

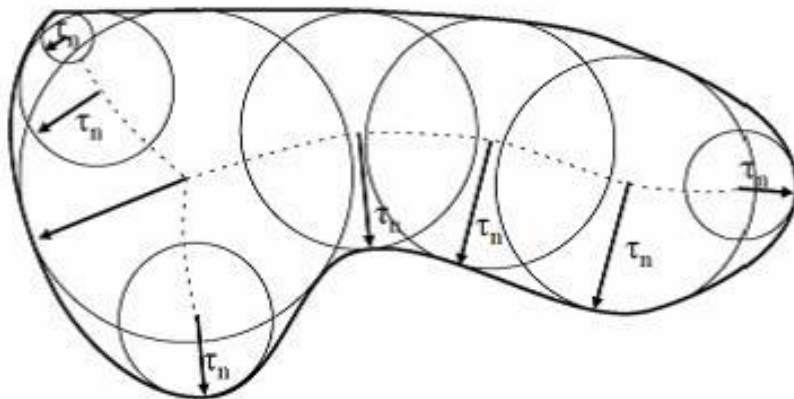


Figura 4.11: Representação esquemática da determinação da espessura da estrutura (St.Th). (DALEN et al, 2012)

Para reforçar os resultados de microCT, utilizou-se a ferramenta *Label Analysis* do software Avizo Fire (v. 8.1.1.0) a fim de ser verificada a esfericidade dos defeitos em relação ao diâmetro equivalente. Um dos fatores de grande importância a ser considerado na determinação do tamanho das estruturas é a dimensão dessa estrutura que está sendo medida. Somente para esferas, o tamanho de uma partícula pode ser representado pelo seu diâmetro. Para estruturas com formas irregulares, outras medidas são necessárias para quantificar seu tamanho¹⁹. A equação 4.1 descreve a medida de quão esférico é um objeto, ou seja a sua esfericidade (Ψ).

$$\Psi = \frac{\pi^{\frac{1}{3}}(6V)^{\frac{2}{3}}}{A} \quad (4.1)$$

Onde: V é o volume e A é a superfície do objeto.

É a relação entre a área da superfície de uma esfera (com o mesmo volume que a partícula dada) e a área da superfície da partícula. A esfericidade de uma esfera é 1 e, pela desigualdade isoperimétrica, qualquer partícula que não seja uma esfera terá esfericidade diferente de 1.

¹⁹ Em partículas com forma geométrica canônica como esfera, cilindro ou cubo, determina-se o tamanho pela medida de seu raio ou diâmetro, do diâmetro da base e altura e do comprimento da aresta, respectivamente.

Para uma análise qualitativa dos resultados foram gerados modelos 3D no software CTVox® (Bruker v. 3.2.0 r1294). O programa opera com a renderização²⁰ de volume, que é uma técnica de visualização 3D que trabalha diretamente sobre os dados de volume (dados reconstruídos), ao invés de utilizar um modelo geométrico extraído a partir desses dados (MACHADO, 2015). Além disso, imagens em 2D dos planos coronal, sagital e transaxial foram obtidas com o programa Data Viewer (v. 1.5.0 64-bit). Para fornecer maiores informações sobre os defeitos demonstrados nos modelos 3D, as imagens de microCT foram planificadas a partir do software VGStudio Max (v. 3.0.3).

O Capítulo 5 mostra os resultados obtidos a partir das técnicas de RD, TC e microCT.

²⁰ Renderização é o processo pelo qual se obtém o produto final de um processamento digital qualquer.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A ciência é um corpo de conhecimento em evolução.

(Lisa Randall)

Disse Henri Poincaré: assim como um monte de tijolos não é uma casa, um monte de fatos não é uma ciência. A afirmação de Poincaré é verdadeira, mas parte de uma premissa falsa. Se considerarmos os fatos como resultados experimentais podemos afirmar que o edifício da ciência está em constante crescimento. A contínua contribuição de trabalhos anteriormente realizados²¹ forneceu o alicerce para a construção de nossos resultados.

5.1. RADIOGRAFIA DIGITAL

Para a inspeção radiográfica, a técnica utilizada foi a tangencial onde é possível determinar o comprimento de descontinuidades, como por exemplo, delaminações. A referência da técnica foi utilizada para, posteriormente, possibilitar a realização da tomografia computadorizada.

As radiografias foram realizadas de forma a investigar todo o corpo de prova, como pode ser visualizado na figura 5.1. Essa imagem bidimensional fornece os elementos básicos das juntas laminadas: a união dos dutos e a camada laminada. Outros detalhes foram observados através do *software ISee!* e serão apresentados a seguir.

²¹ Capítulos 2 e 3 desta Tese.

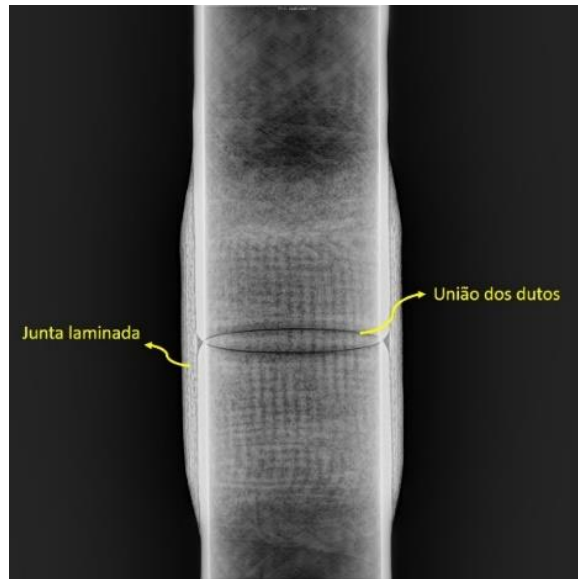


Figura 5.1: Radiografia de uma junta laminada polimérica.

Era esperado que a junta 1 fornecesse um padrão de junta laminada ideal. Portanto, nenhum defeito foi inserido intencionalmente. Entretanto, o que observamos através da radiografia, na figura 5.2, reflete um comportamento defeituoso de descolamento duto/laminado com traços de delaminações em camadas mais internas.

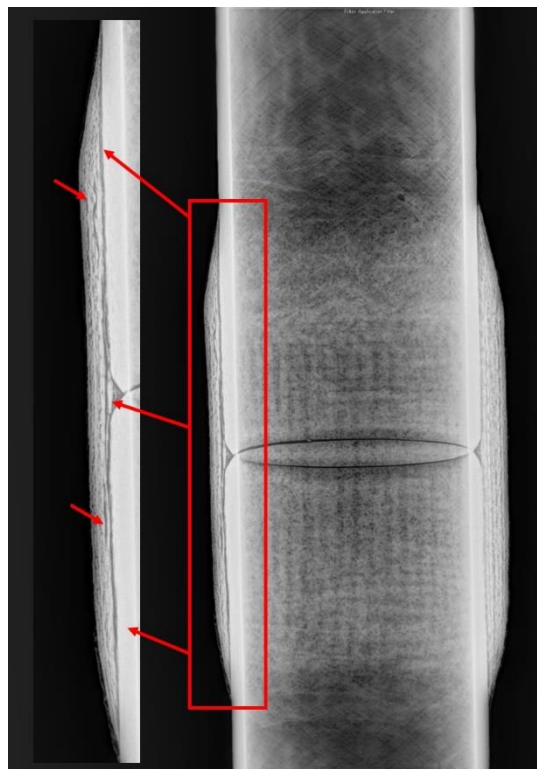


Figura 5.2: Junta 1 com destaque para defeitos encontrados. As setas vermelhas indicam a presença de delaminação em camadas internas e uma longa faixa de descolamento duto/laminado.

Os perfis de linha desses defeitos (figura 5.2) podem ser observados nas figuras 5.3 e 5.4. O descolamento duto/laminado apresentou uma extensão de 233 mm e as delaminações de 33,6 mm e 27,3 mm.

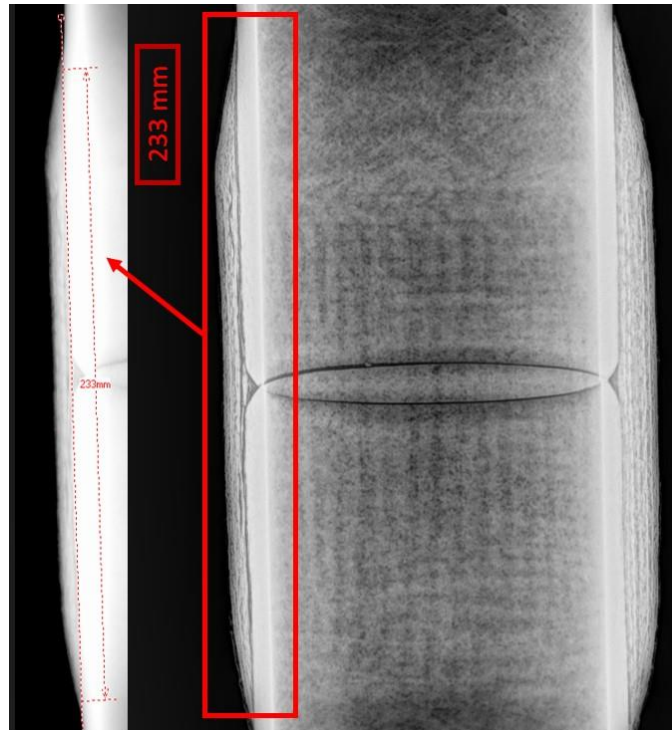


Figura 5.3: Descolamento duto/laminado na Junta 1 com destaque para o valor encontrado.

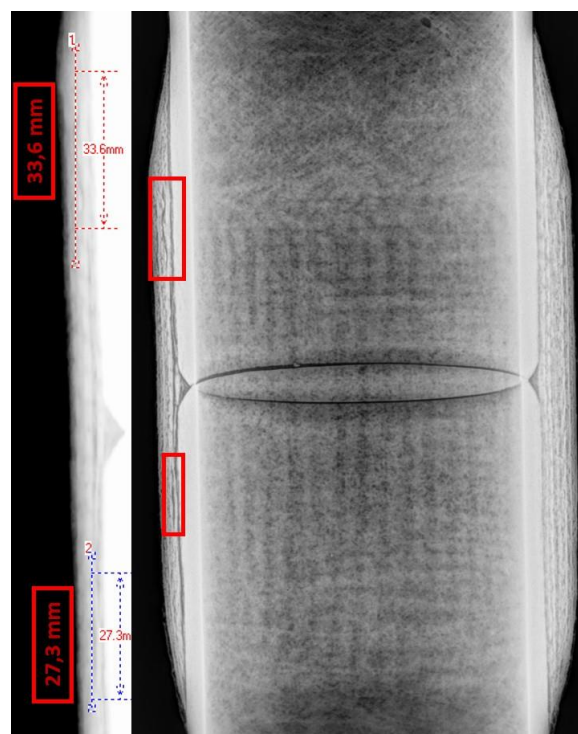


Figura 5.4: Delaminações nas camadas internas da Junta 1. Destaque para os valores encontrados.

Um defeito de trinca na parede do duto foi detectado pela radiografia. Por estar fora da região de interesse, e ser necessária a aplicação de um filtro “*Extract Details*” para a sua visualização, a precisão de sua dimensão ficou comprometida e os níveis de cinza foram superestimados. A figura 5.5 demonstra o destaque para a trinca identificada, demonstrando a capacidade da RD em detectar pequenos defeitos.

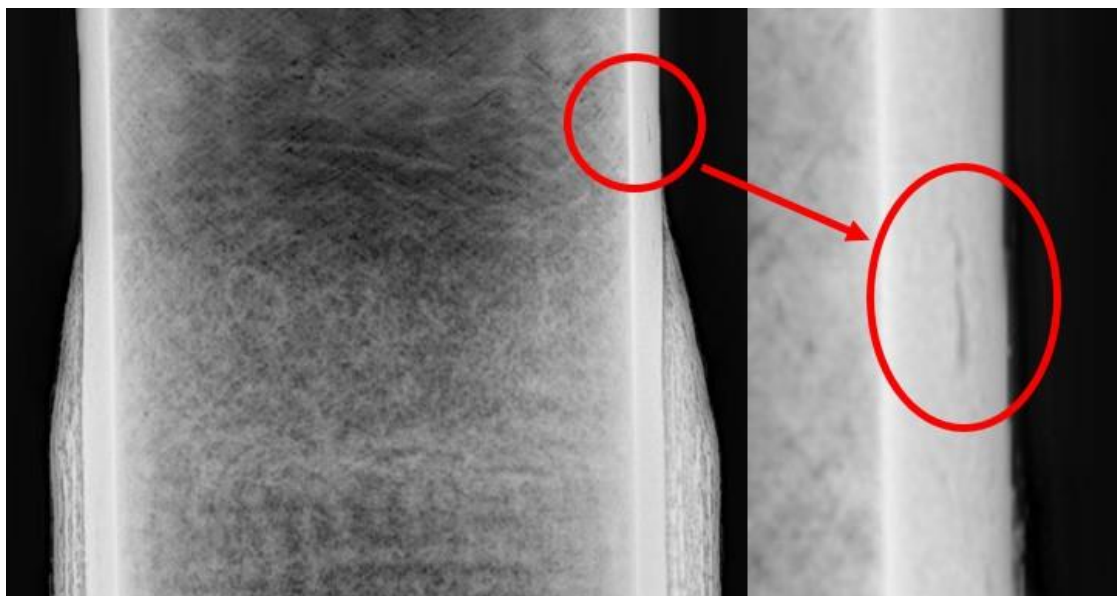


Figura 5.5: Trinca na Junta 1, realçada pela aplicação do filtro de extração de detalhes.

Em relação à Junta 2, esperava-se a detecção das 6 fitas de acetato inseridas durante a laminação, para simular defeitos de delaminação entre mantas. A radiografia detectou, além desses 6 defeitos, a presença de vazios isolados e agrupados. Os vazios podem ser causados pela passagem do rolo, impregnado de resina, sobre a camada de reforço. Embora os movimentos do rolo sejam no sentido de reduzir os vazios, ainda assim, não foi suficiente para evitar esse tipo de ocorrência. Foi detectado também uma imagem com aparência de descolamento duto/laminado, em ambos os lados, com extensão de 231 mm e 242 mm, cada. Esses descolamentos acometem quase toda a extensão da região laminada podendo comprometer seriamente a integridade do corpo de prova.

As 6 fitas de acetato foram detectadas e estão demonstradas nas figuras 5.6 a 5.11. Nas figuras 5.12 e 5.13 são observados os vazios e o descolamento duto/laminado, respectivamente.

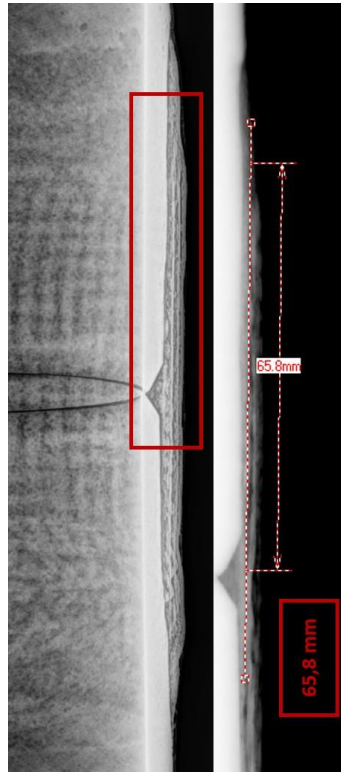


Figura 5.6: Junta 2: Delaminação 1 – entre mantas 1 e 2.

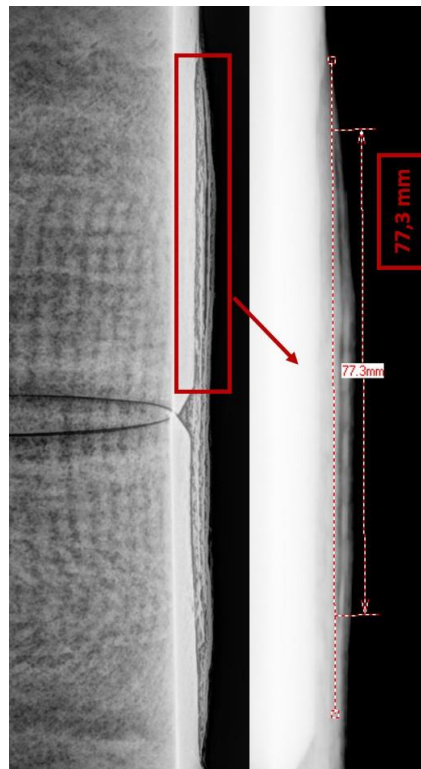


Figura 5.7: Junta 2: Delaminação 2 – entre mantas 2 e 3.

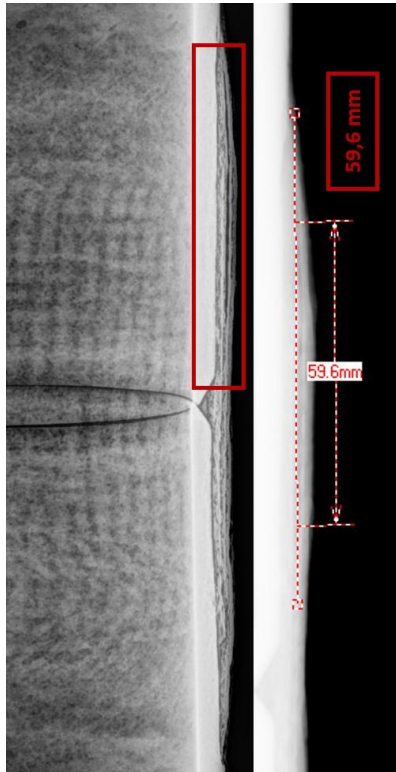


Figura 5.8: Junta 2: Delaminação 3 – entre mantas 3 e 4.

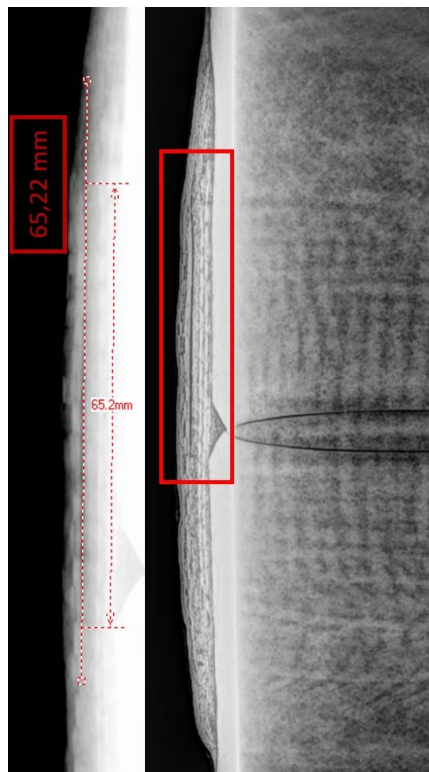


Figura 5.9: Junta 2: Delaminação 4 – entre mantas 4 e 5.

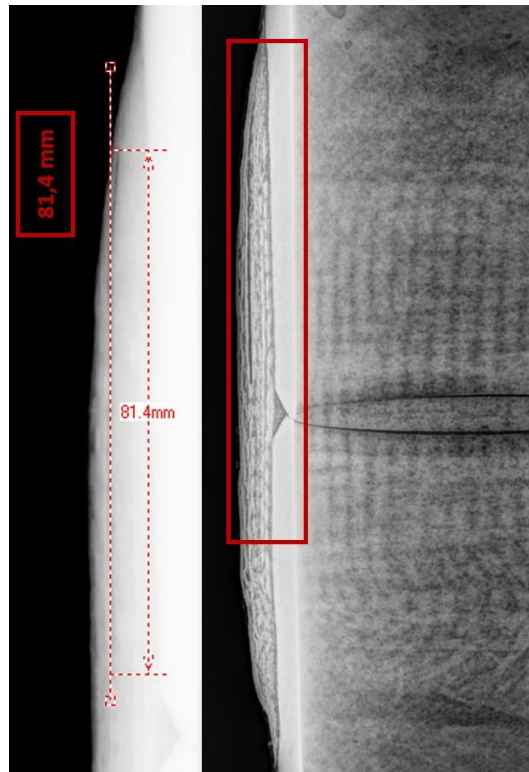


Figura 5.10: Junta 2: Delaminação 5 – entre mantas 5 e 6.

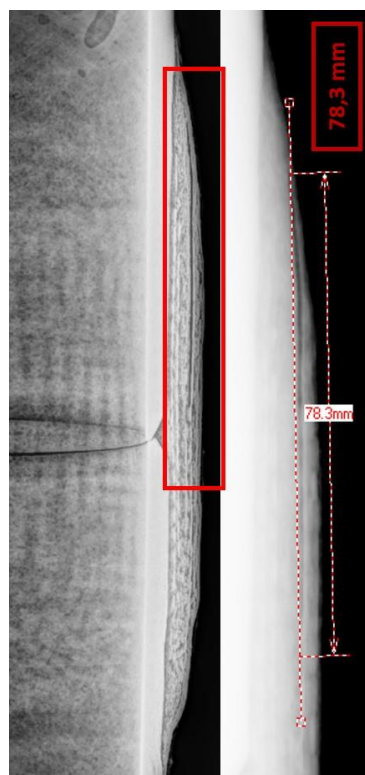


Figura 5.11: Junta 2: Delaminação 6 – entre mantas 6 e 7.

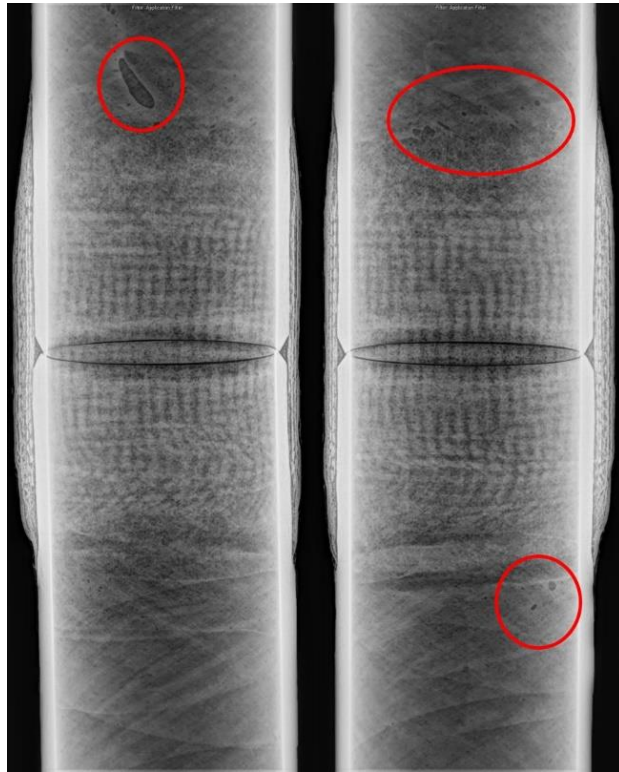


Figura 5.12: Vazios observados na Junta 2.

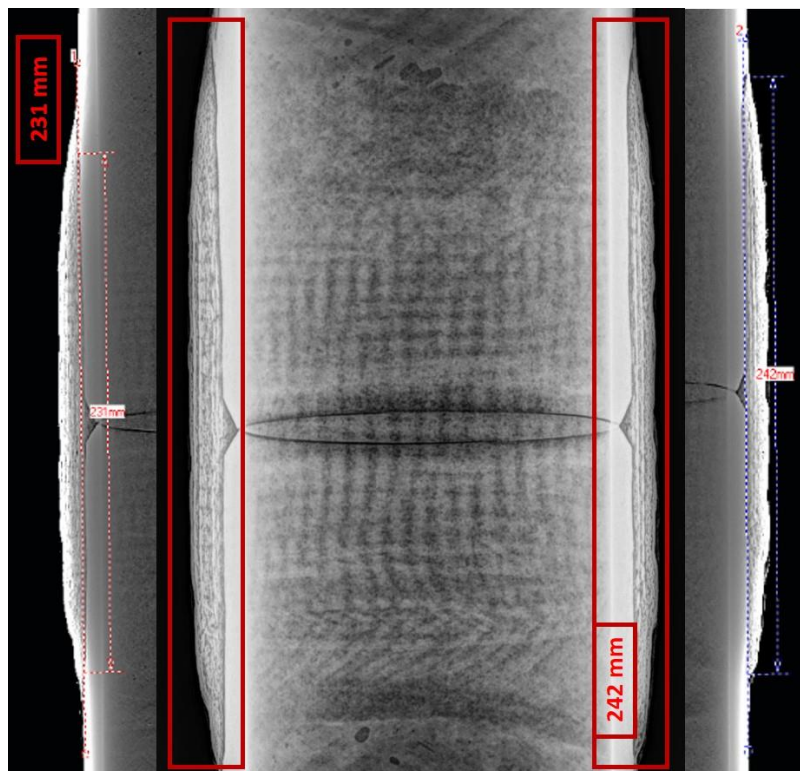


Figura 5.13: descolamento duto/laminado na Junta 2.

As radiografias da Junta 3 detectaram todas as fitas de acetado que simularam delaminações, como pode ser observado nas figuras 5.14 a 5.17.

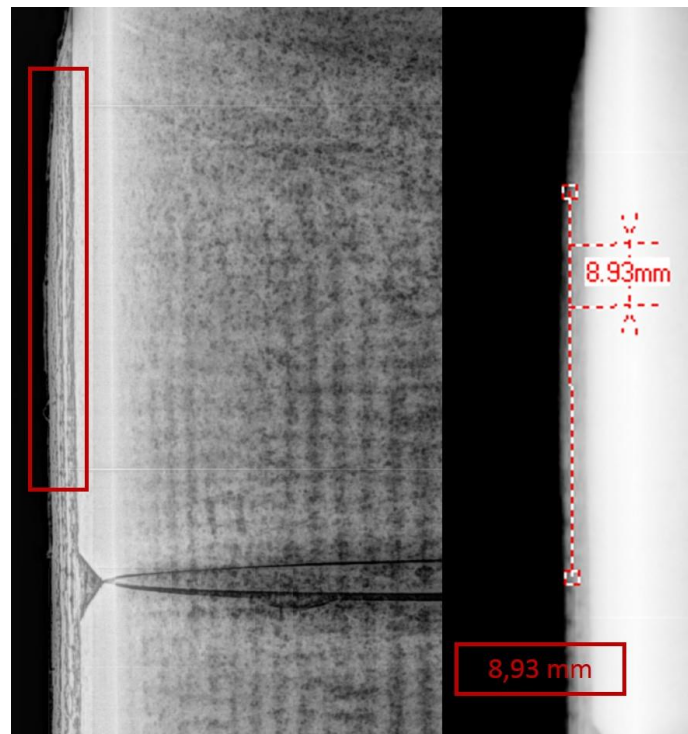


Figura 5.14: Junta 3: Delaminação 1 – entre mantas 1 e 1.

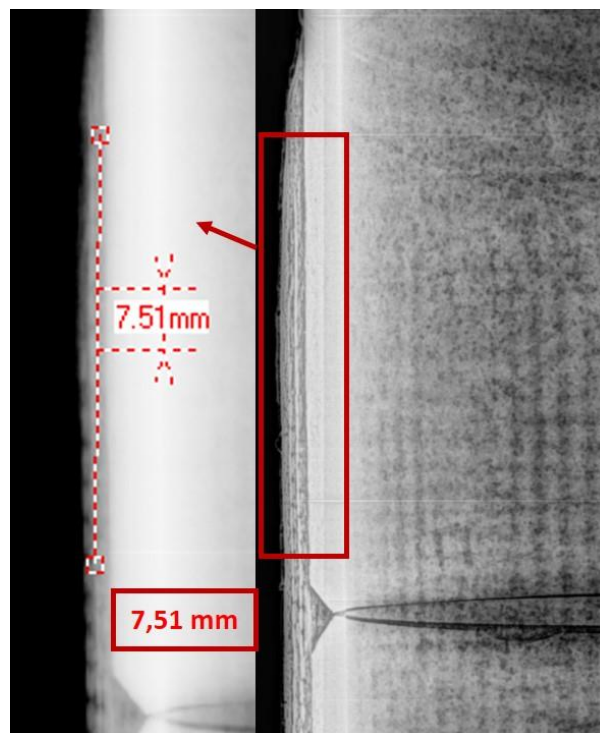


Figura 5.15: Junta 3: Delaminação 2 – entre mantas 2 e 3.

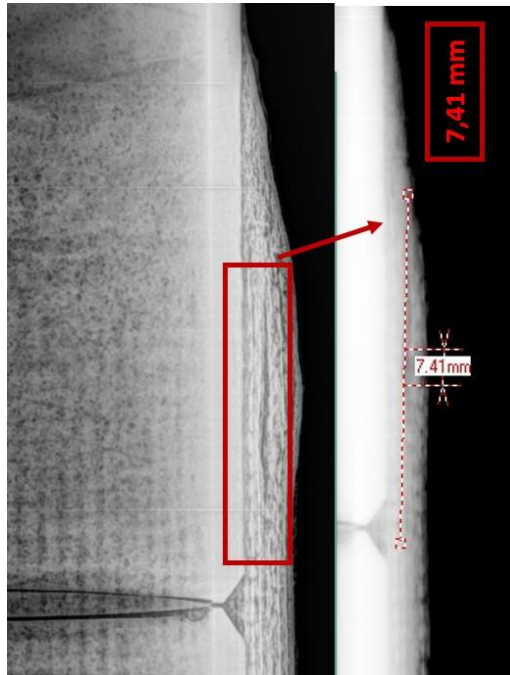


Figura 5.16: Junta 3: Delaminação 3 – entre mantas 3 e 4.

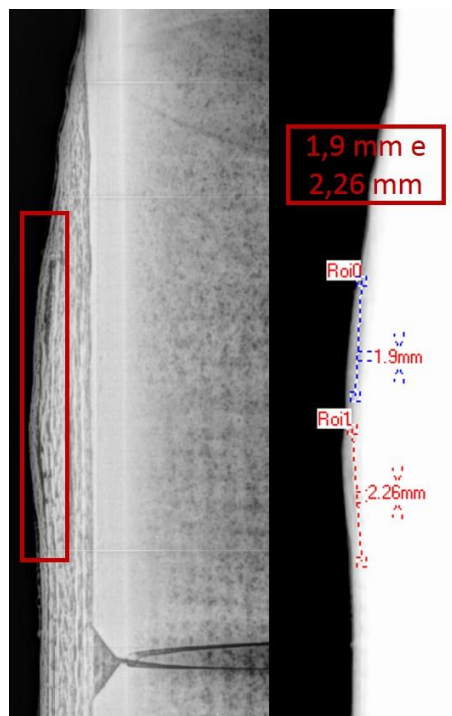


Figura 5.17: Junta 3: Delaminação 4 e 5 – entre mantas 4 e 5. E delaminação 5 e 6 – entre mantas 5 e 6.

Os resultados das medições apresentaram certa divergência em relação ao tamanho das fitas de acetato inseridas. As tabelas 5.1 e 5.2 demonstram uma correlação entre essas dimensões para as Juntas 2 e 3, respectivamente.

As divergências entre os valores reais e detectados podem ter sido causadas por diversos fatores, tais como: baixo contraste entre as camadas de resina e reforço em relação ao defeito, resolução espacial insuficiente, etc. Outro fator de grande influência está na dificuldade em determinar, com precisão, a que camada o defeito detectado pertence, seja pelo emaranhamento da matriz com o reforço, seja pela técnica que sobrepõe duas paredes na imagem. Os valores detectados confirmaram a capacidade da Radiografia Digital em detectar todas as fitas de acetato inseridas.

Tabela 5.1 – Comparação entre defeitos inseridos e detectados na Junta 2.

Identificação	Posição	Comprimento real (mm)	Comprimento detectado (mm)	Erro relativo (%)
1	Entre camadas 1 e 2	80	65,8	17,8
2	Entre camadas 2 e 3	80	77,3	3,4
3	Entre camadas 3 e 4	49	59,6	21,7
4	Entre camadas 4 e 5	66	65,2	1,2
5	Entre camadas 5 e 6	75	81,4	8,5
6	Entre camadas 6 e 7	67	78,3	16,9

Tabela 5.2 – Comparação entre defeitos inseridos e detectados na Junta 3.

Identificação	Posição	Comprimento real (mm)	Comprimento detectado (mm)	Erro relativo (%)
1	Entre camadas 1 e 2	8	8,9	11,2
2	Entre camadas 2 e 3	8	7,5	6,2
3	Entre camadas 3 e 4	8	7,4	7,5
4	Entre camadas 4 e 5	1,6	1,9	18,7
5	Entre camadas 5 e 6	1,6	2,3	43,7

Em relação à Junta 4, não foi observado nenhum defeito, além de alguns pequenos vazios, pela inspeção radiográfica. As figuras 5.18 e 5.19 demonstram duas radiografias em diferentes posições.

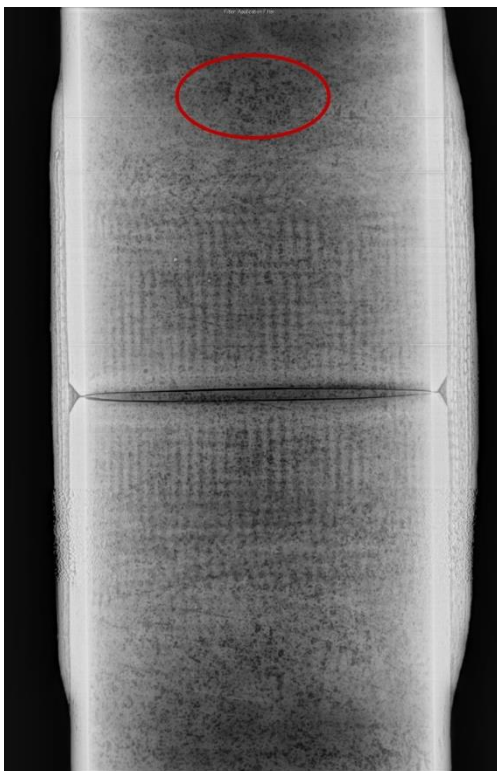


Figura 5.18: Junta 4: vazios agrupados.

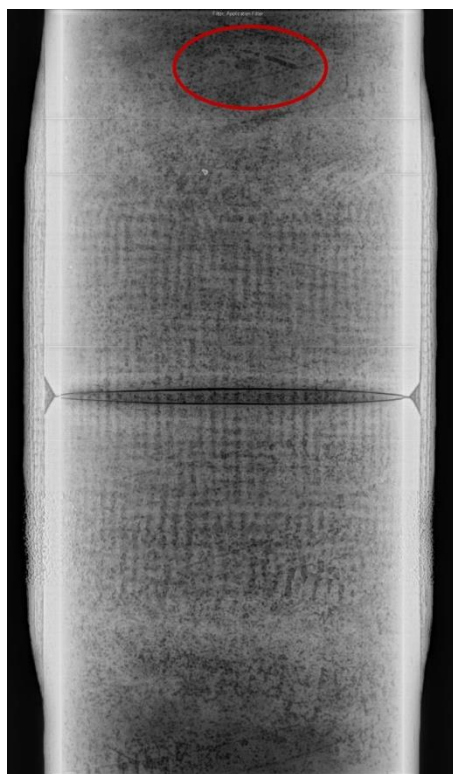


Figura 5.19: Junta 4: vazios isolados.

5.2. TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

Os dados obtidos pela tomografia computadorizada forneceram informações interessantes em relação aos dados apresentados pela radiografia. O que veremos a seguir é a informação em três dimensões do que já foi visualizado nas imagens bidimensionais.

O descolamento duto/laminado e as delaminações criam entre as camadas um espaço vazio. Por esse motivo, em imagens tomográficas, esses defeitos se apresentaram com nível de cinza equivalente. O resultado é percebido ainda no processo de binarização, quando se observa dificuldade em distinguir suas diferenças. Nas análises será considerado o volume total de matriz (resina), reforço e defeitos, em relação ao volume total de material analisado.

Uma grande faixa defeituosa pode ser visualizada nas imagens da Junta 1 (figura 5.20). O volume total de defeitos foi de 0,12% em relação ao volume total (resina + reforço + defeitos) analisado. Isoladamente, esse percentual está de acordo com o esperado para uma amostra sem defeitos (<1%). O percentual de resina foi de 83,76% e de reforço 11,58%.

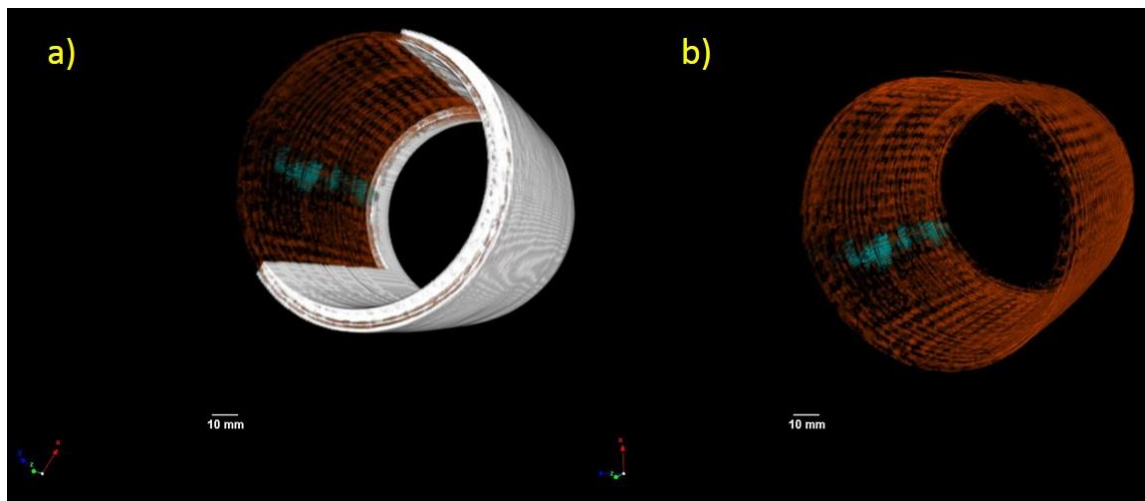


Figura 5.20: Junta 1: (a) região laminada contendo defeito em azul, reforço (laranja) e resina (cinza). (b) Destaque para defeitos e reforço.

A análise da Junta 2 apresentou um volume percentual de defeitos de 0,53% em relação ao volume total analisado. Em relação ao volume de reforço o valor calculado foi de 8,62% e, para a resina de 85,84%. As imagens obtidas com a reconstrução podem ser observadas na figura 5.21.

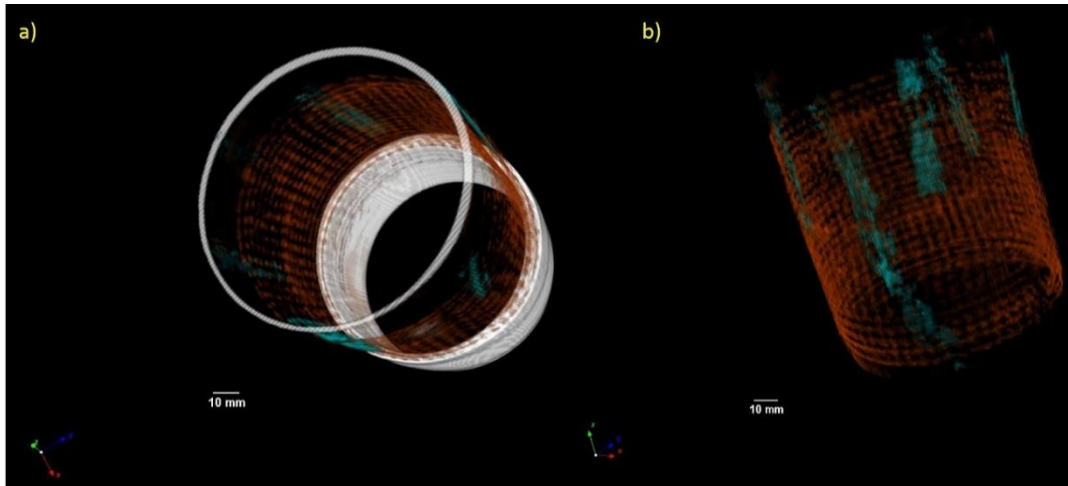


Figura 5.21: Imagens 3D da Junta 2 - (a) resina (cinza), reforço (laranja) e defeitos (azul). (b) Destaque dos defeitos e do reforço.

A análise da Junta 3 apresentou um volume percentual de defeitos de 0,44% em relação ao volume total analisado. Em relação ao volume de reforço o valor calculado foi de 5,33% e, para a resina de 86,01%. As imagens obtidas com a reconstrução podem ser observadas na figura 5.22.

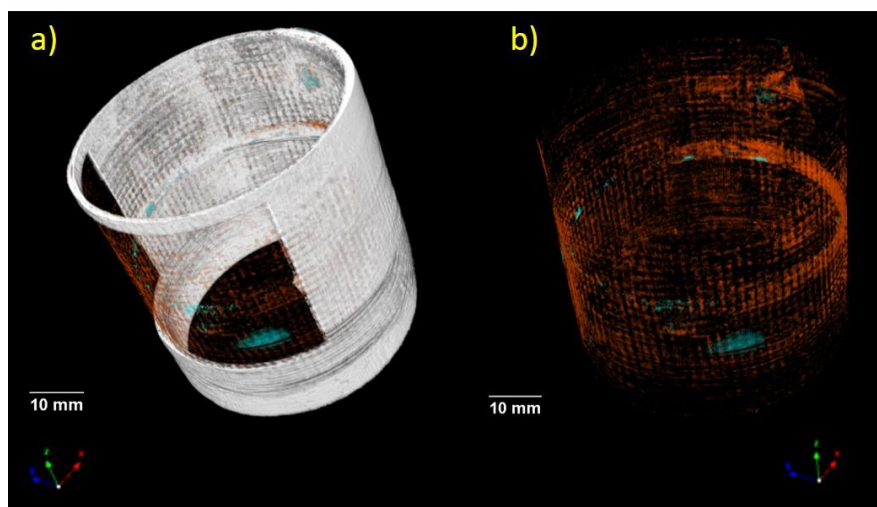


Figura 5.22: Imagens 3D da Junta 3 - (a) resina (cinza), reforço (laranja) e defeitos (azul). (b) Destaque dos defeitos e do reforço.

A Junta 4 não apresentou defeitos detectáveis. Em relação ao volume de reforço o valor calculado foi de 32,67% e, para a resina de 64,08%. Esse resultado apresentou valores bastante discrepantes em relação aos volumes de matriz e reforço presentes nas outras Juntas. Essa ocorrência pode demonstrar que o processo de laminação manual, utilizado na Junta 4, obteve maior comprometimento que os demais. As imagens obtidas com a reconstrução podem ser observadas na figura 5.23.

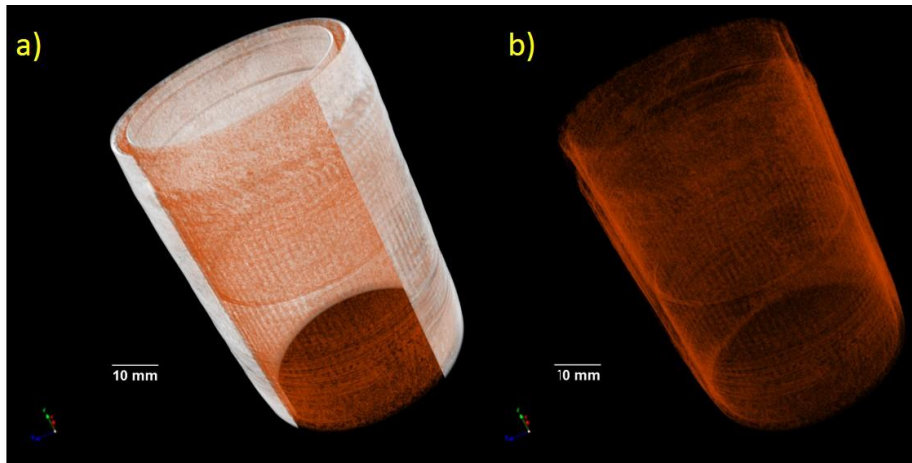


Figura 5.23: Imagens 3D da Junta 4 - (a) resina (cinza), reforço (laranja). (b) Destaque do reforço.

Durante o processo de segmentação das imagens foram utilizados *plug-ins*, como por exemplo *despeckle* que retira objetos indesejados das imagens. Por esse motivo, algumas informações de volume das fases materiais pode ter sido perdido. Esse resultado pode ser observado no percentual obtido em cada fase, para cada corpo de prova analisado. As tomografias foram obtidas a partir de várias radiografias, feitas uma a uma, com passo angular de 1 grau. Em seguida passaram por uma adaptação ao software de reconstrução. Todas essas etapas podem contribuir para a degradação da imagem e por consequência prejudicar a qualidade da segmentação. No entanto, a TC ressaltou os dados obtidos pela radiografia e forneceu modelos 3D precisos.

5.3. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

Em microCT os parâmetros de aquisição foram otimizados de modo a obter ótimos resultados em um menor tempo. Portanto, os parâmetros de exposição foram diferentes dos valores utilizados nas outras técnicas.

Os valores resultantes da segmentação das três fases presentes nas Juntas laminadas estão resumidos na tabela 5.3. Inicialmente, o somatório dos percentuais obtidos em cada fase diferia de 100%. Tal fato pode ser justificado devido à própria estrutura das juntas, que formam um emaranhado de reforço e matriz durante o processo de laminação manual, dificultando a separação dessas fases. Além disso, o uso de *plug-ins* para excluir ruídos influencia na avaliação final. Para corrigir esse problema um valor mais criterioso de TH foi definido, nas fases de matriz e reforço, para cada junta, durante a binarização. Essas intercorrências servem para mostrar a dependência dos critérios visuais do operador no momento da análise. A consequência visual desses resultados é demonstrada nas figuras 5.24 a 5.27.

Tabela 5.3. Resultados morfométricos.

Corpo de prova	Volume total (mm ³)	Matriz (%)	Reforço (%)	Defeitos (%)
Junta 1	6,22x10 ⁵	92,50	7,23	0,27
Junta 2	4,86x10 ⁵	92,60	6,80	0,60
Junta 3	9,05x10 ⁵	89,53	9,92	0,55
Junta 4	9,54x10 ⁵	91,90	7,99	0,11

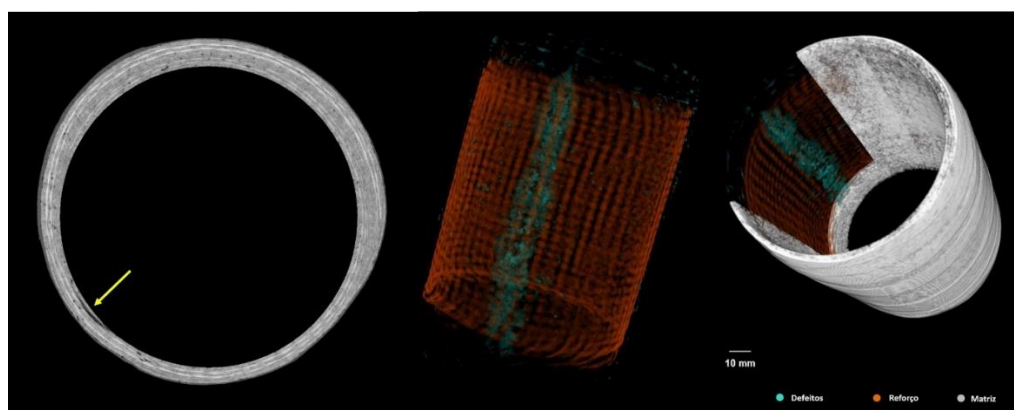


Figura 5.24: Corte transaxial da Região laminada da Junta 1. A seta amarela indica um defeito não previsto. As imagens 3D ilustram as fases de matriz, reforço e defeitos.

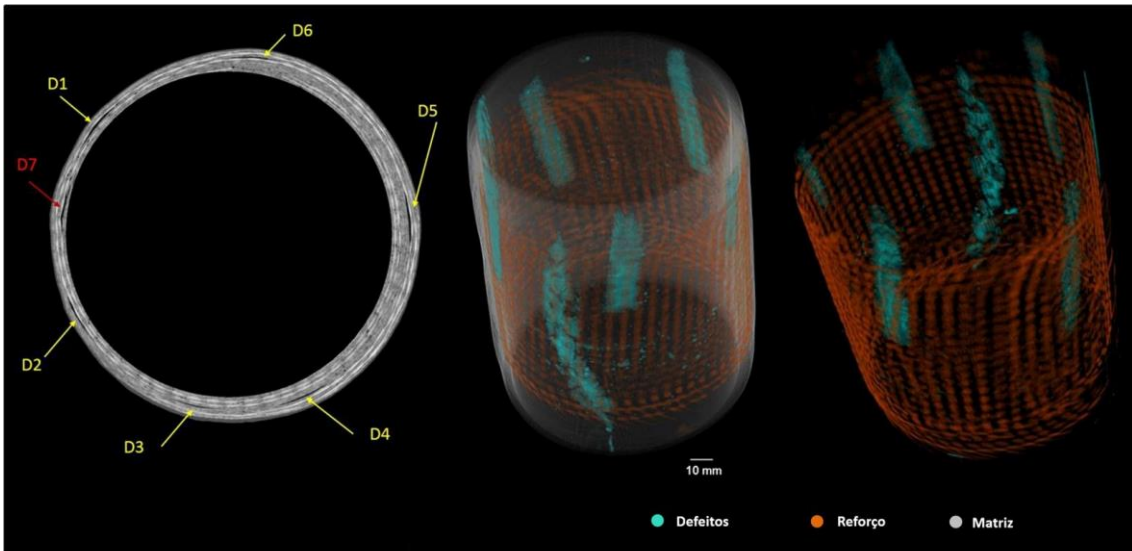


Figura 5.25: Corte transaxial da Região laminada da Junta 2. As setas amarelas indicam os seis defeitos previstos e a seta vermelha indica a detecção de mais um defeito. As imagens 3D destacam as fases de matriz, reforço e defeitos.

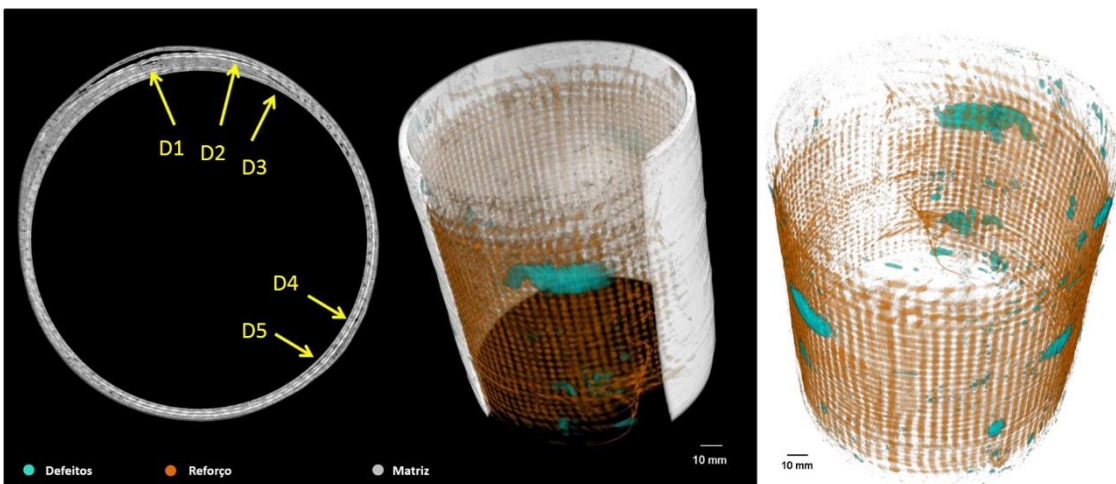


Figura 5.26: Corte transaxial da Região laminada da Junta 3. As setas amarelas indicam os defeitos previstos. As imagens 3D destacam as fases de matriz, reforço e defeitos.



Figura 5.27: Região laminada da Junta 4 contendo as fases de matriz, reforço e defeitos.

Os resultados de microCT diferem dos resultados da TC principalmente em relação à Junta 4, onde foi detectado um pequeno percentual de defeitos em relação ao volume total analisado. Outra observação pode ser feita em relação ao defeito de descolamento (Junta 1 e 2) que somente foi detectado pela RD, pois para a segmentação em TC e microCT, a região do duto foi excluída. As imagens impressionam pela dimensão dos defeitos e levantam a questão do percentual que deve ser considerado aceitável para a junta ser aprovada na fase de testes.

Uma das maneiras de exibir distribuições de objetos em diversos tipos de amostras é através de um histograma. A partir do histograma é possível obter uma distribuição de frequência de objetos que mostra a porcentagem de objetos encontrados em cada intervalo de tamanho. Entretanto, Para a aplicação em compósitos laminados é interessante o uso do método de análise de espessura das discontinuidades (St.Sh) em 3D, pois podem fornecer uma forma de diferenciação entre os tipos de defeitos que possam surgir.

É de se imaginar que defeitos como os encontrados na Junta 2 podem causar o colapso do duto durante a sua utilização. Portanto, considerou-se importante a verificação da espessura desses defeitos para contribuir nas análises finais. Os resultados podem ser observados nas tabelas 5.4 e 5.5.

Um fato comum entre as quatro amostras é que, para as espessuras maiores, é encontrada uma porcentagem menor de defeitos. Para a Junta 1 a metade dos defeitos tem uma espessura inferior a 0,35 mm. Para a Junta 2, aproximadamente metade dos defeitos estão abaixo de 0,60 mm. A Junta 3 apresentou maior distribuição entre as espessuras, atingindo maiores quantidades abaixo de 1,2 mm de espessura. A Junta 4 obteve metade do volume de defeitos com espessura não superior a 0,66 mm. Considerando que as Juntas 1 e 4, de acordo com as informações do fabricante, não continham defeitos, a microCT, ainda assim, foi capaz de identificar algumas falhas. A figura 5.28 demonstra um resumo desses resultados sobre o volume relativo de defeitos em função da espessura (St.Th) para cada caso estudado.

Tabela 5.4. Espessura da descontinuidade para as Juntas de 4 polegadas.

Junta 1			
Range (mm)	Range médio (mm)	Volume (μm^3)	Percentual de volume no range (%)
0,116 - <0,348	0,232	8.47E+11	49,85
0,348 - <0,581	0,464	7.94E+11	46,72
0,581 - <0,812	0,697	5.55E+10	3,26
0,812 - <1,045	0,929	2.66E+09	0,15
Desvio padrão da espessura das descontinuidades SD(St.Th) 0,132 mm			
Junta 2			
Range (mm)	Range médio (mm)	Volume (μm^3)	Percentual de volume no range (%)
0,116 - <0,348	0,232	1,17E+12	38,70
0,348 - <0,580	0,464	1,46E+12	48,32
0,580 - <0,812	0,697	3,44E+11	11,38
0,812 - <1,045	0,929	4,30E+10	1,42
1,045 - <1,277	1,161	4,99E+09	0,16
Desvio padrão da espessura das descontinuidades SD(St.Th) 0,166 mm			

Tabela 5.5. Espessura da descontinuidade para as Juntas de 6 polegadas.

Junta 3			
Range (mm)	Range médio (mm)	Volume (μm^3)	Percentual de volume no range (%)
0,131 - < 0,393	0,232	8,48E+06	17,31
0,393 - < 0,655	0,524	8,05E+06	16,42
0,655 - < 0,918	0,786	7,81E+06	15,93
0,918 - < 1,180	1,050	8,34E+06	17,02
1,180 - < 1,441	1,310	5,78E+06	11,78
1,441 - < 1,704	1,570	4,49E+06	9,15
1,704 - < 1,966	1,844	4,33E+06	8,82
1,966 - < 2,228	2,104	1,56E+06	3,19
2,228 - < 2,490	2,364	1,68E+05	3,42E-05
Desvio padrão da espessura das descontinuidades SD(St.Th) 0,535 mm			
Junta 4			
Range (mm)	Range médio (mm)	Volume (μm^3)	Percentual de volume no range (%)
0,131 - < 0,393	0,232	437,80	40,59
0,393 - < 0,655	0,524	540,01	50,06
0,655 - < 0,918	0,786	95,26	8,83
0,918 - < 1,180	1,050	5,49	0,50
Desvio padrão da espessura das descontinuidades SD(St.Th) 0,016 mm			

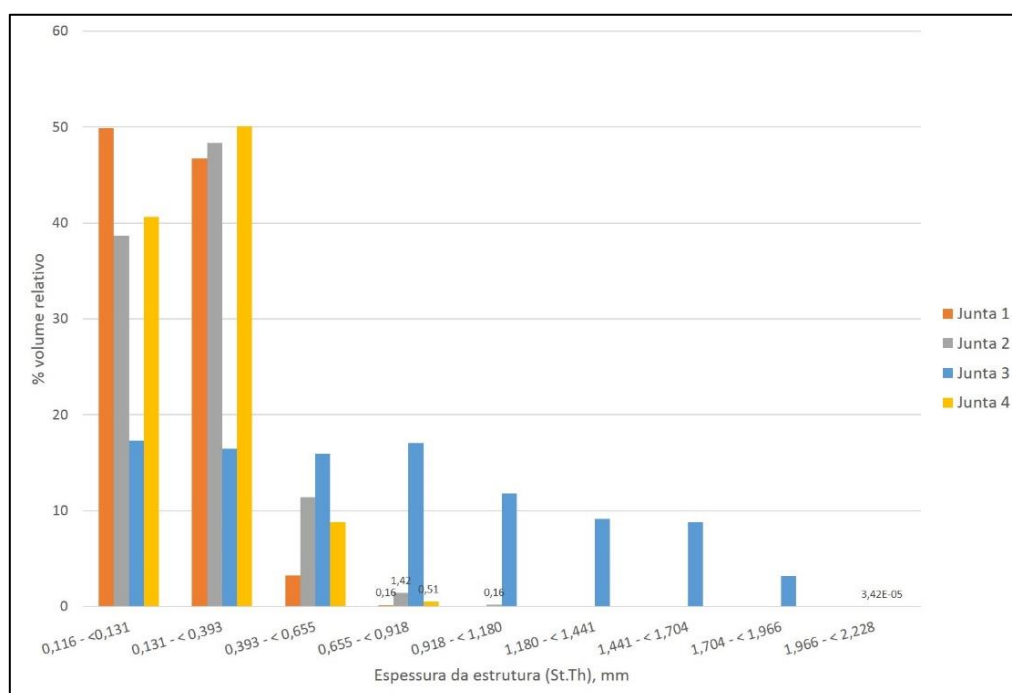


Figura 5.28: Espessura das descontinuidades das Juntas 1, 2, 3 e 4.

Os dados observados acima podem ser melhor compreendidos quando vemos, nas figuras 5.29 a 5.32, as imagens dos defeitos e suas respectivas escalas. Os gráficos associados às imagens nos dão uma indicação de que os defeitos considerados mais críticos, como as delaminações, embora em maior quantidade, possuem uma pequena espessura. Contudo, os vazios são mais espessos. Cada imagem tem sua própria escala de cores que corresponde a uma espessura da estrutura defeituosa. Visualmente pode-se observar a característica em forma de faixa das delaminações. Esse tipo de defeito cria um espaço vazio entre as camadas laminadas. Já os vazios configuram uma geometria esférica (ou quase esférica), com maior espessura.

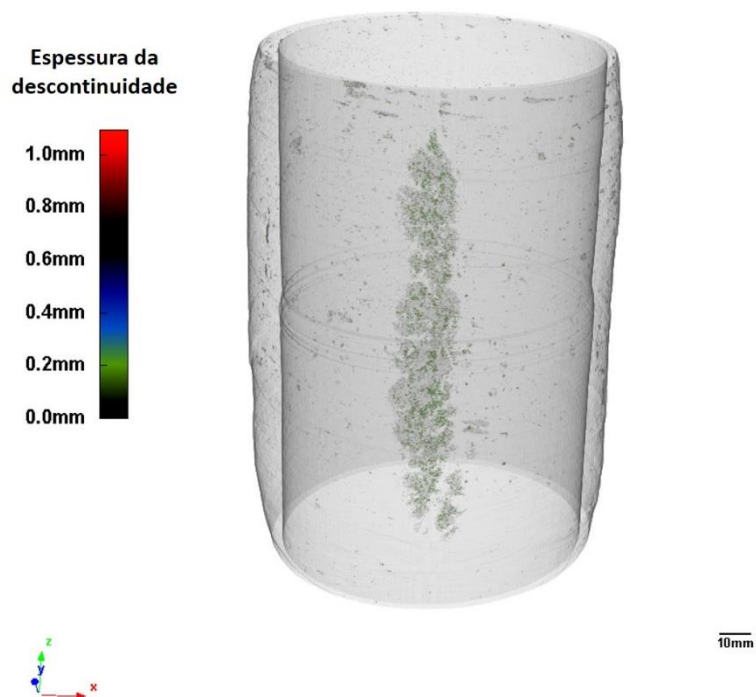


Figura 5.29: Imagem 3D de defeitos encontrados Junta 1 de acordo com a espessura.

**Espessura da
descontinuidade**

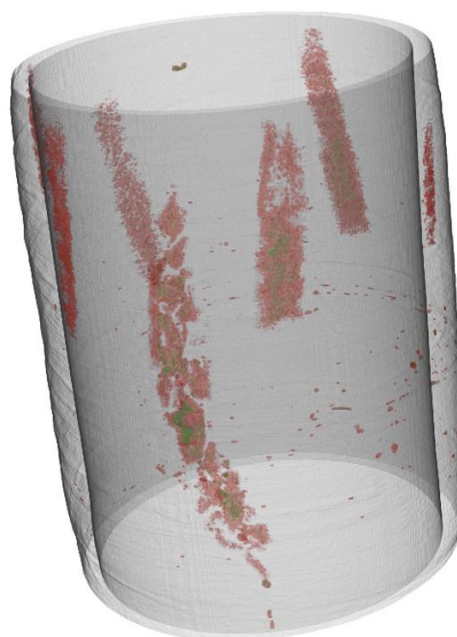
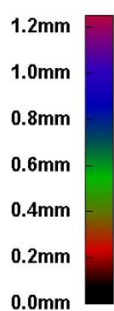


Figura 5.30: Imagem 3D de defeitos encontrados Junta 2 de acordo com a espessura.

**Espessura da
descontinuidade**

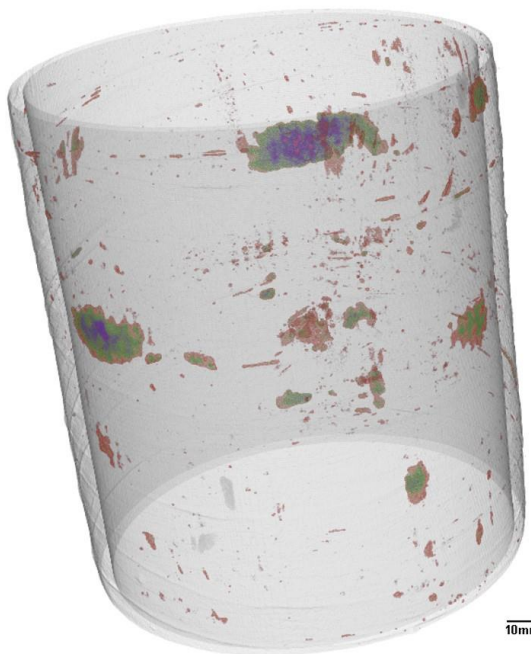
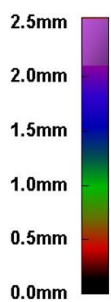


Figura 5.31: Imagem 3D de defeitos encontrados Junta 3 de acordo com a espessura.

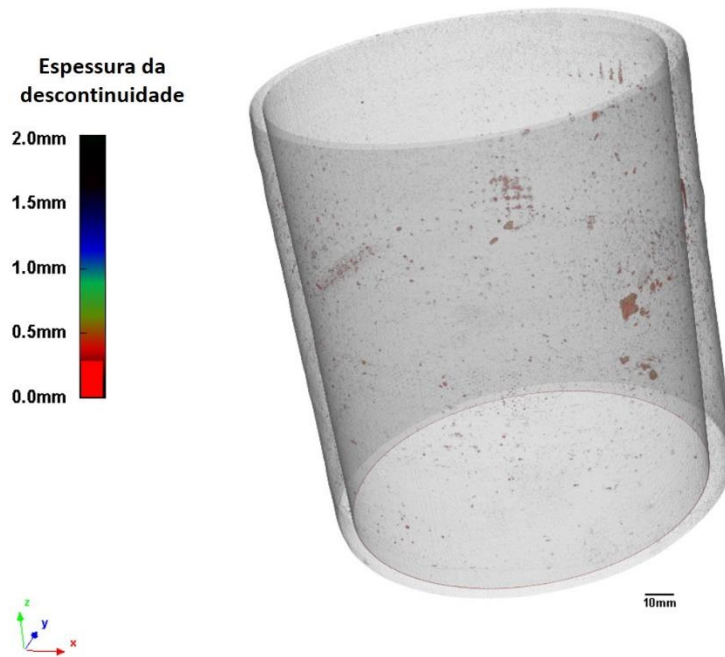


Figura 5.32: Imagem 3D de defeitos encontrados Junta 4 de acordo com a espessura.

Analisando as descontinuidades e, considerando defeitos irregulares como delaminações e defeitos regulares como vazios, podemos atribuir valores de esfericidade. O método utilizado descreve uma esfera perfeita como tendo um valor de esfericidade igual a 1. Além disso, o software Avizo alerta que a esfericidade calculada pode ser superior a 1 para poros pequenos (isto é, composto de poucos voxels). Isso se deve ao fato de que a medida da área 3D é calculada com aproximações.

Desta forma, podemos observar nas figuras 5.33 a 5.36 que: a Junta 1 tem vazios elipsoidais (esfericidade menor que 1) e outros defeitos irregulares que justificam a grande faixa vista na imagem reconstruída. As Juntas 2 e 3 têm espaços vazios esféricos e muitos defeitos poros de pequeno tamanho, além de defeitos irregulares. Em relação à Junta 4, observa-se grande concentração de vazios elipsoidais. Conforme era esperado, os defeitos mais esféricos (ou perfeitamente esféricos) apresentaram tamanhos menores de diâmetro equivalente.

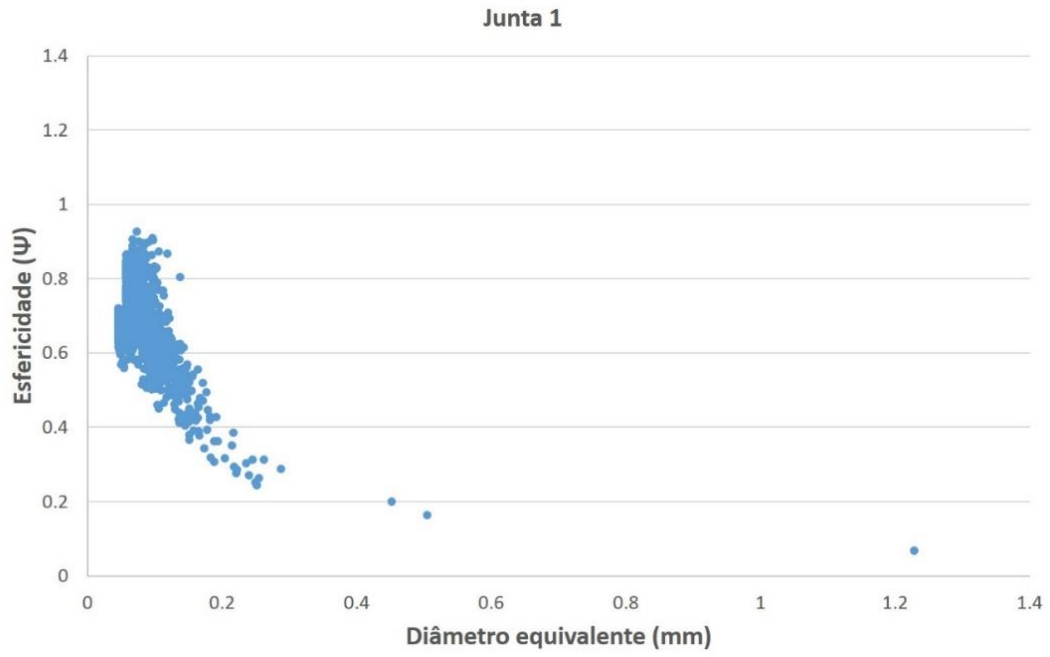


Figura 5.33: Esfericidade dos defeitos da Junta 1.

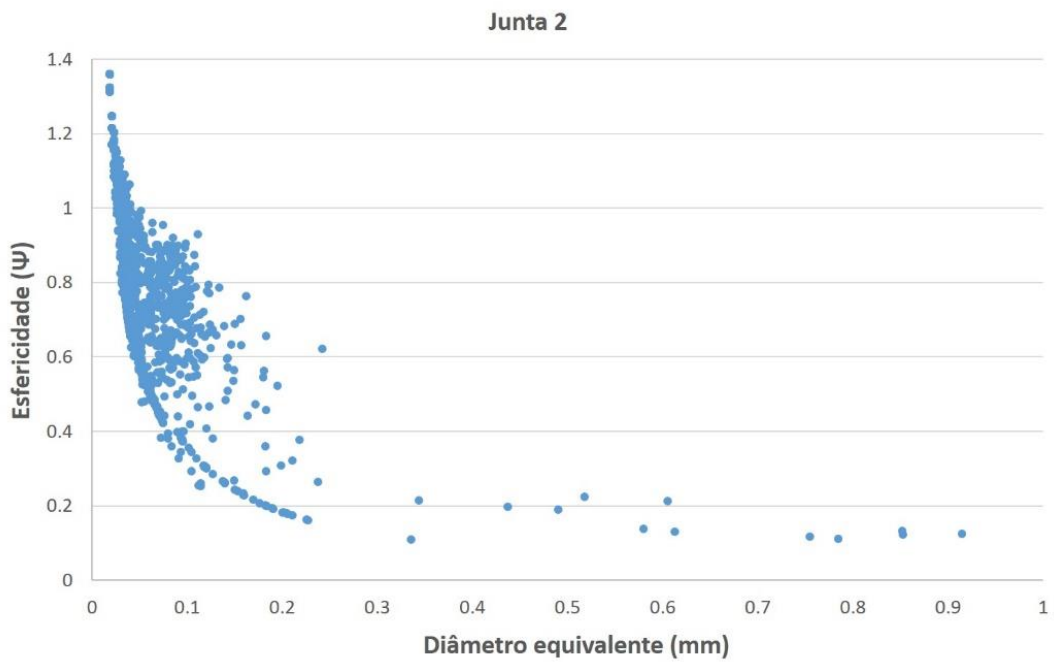


Figura 5.34: Esfericidade dos defeitos da Junta 2.

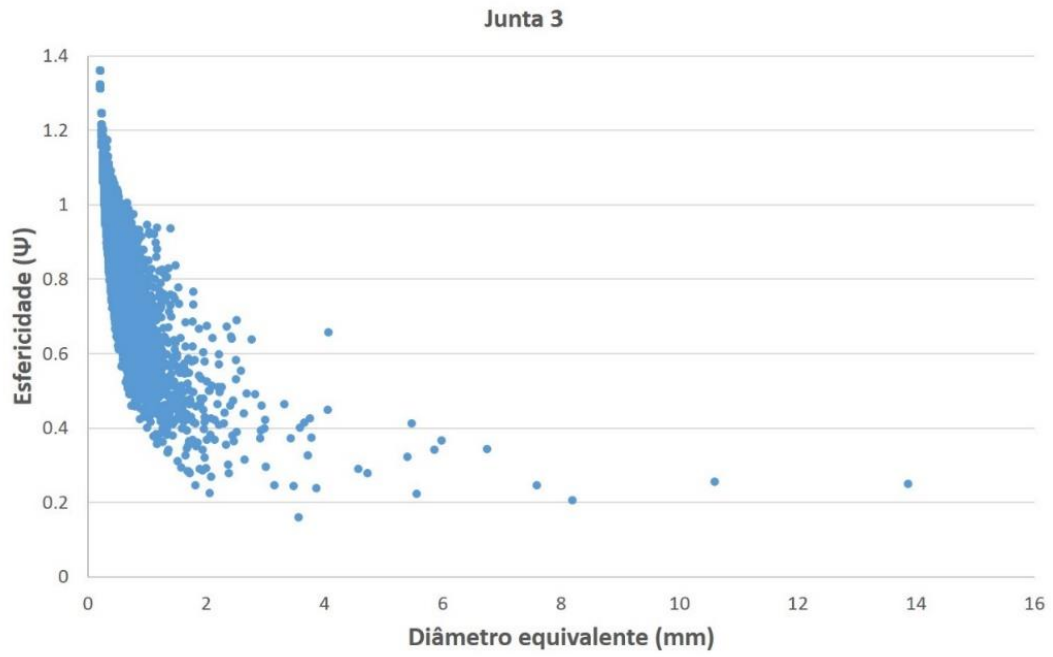


Figura 5.35: Esfericidade dos defeitos da Junta 3.

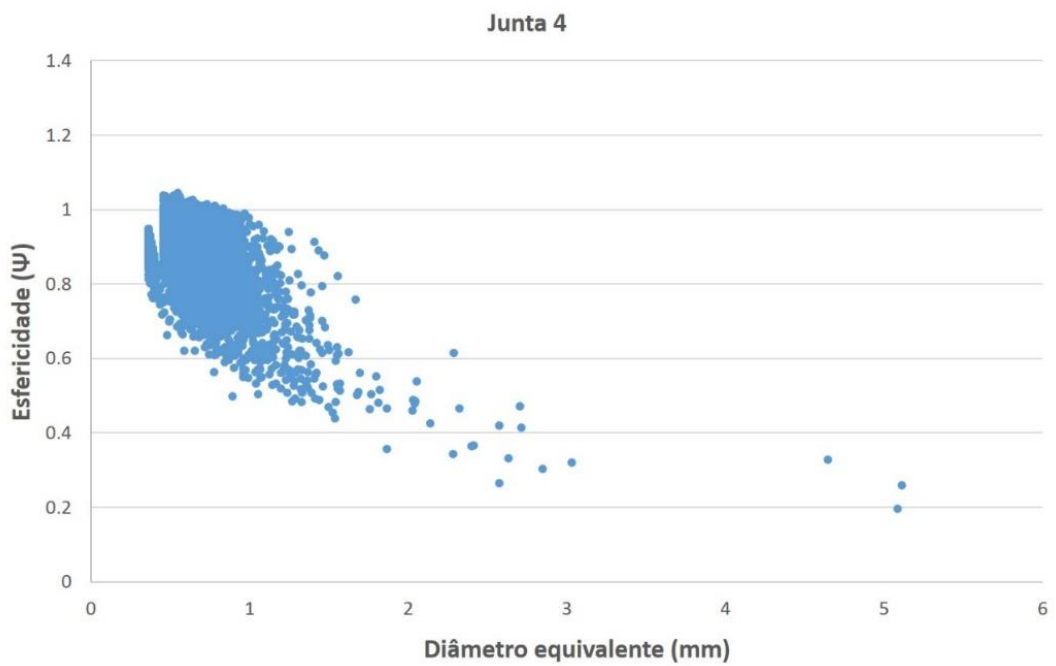


Figura 5.36: Esfericidade dos defeitos da Junta 4.

Um resumo dos resultados quantitativos das Técnicas de TC e microCT é apresentado na tabela 5.6. Analisando esses resultados, observa-se valores diferentes entre a TC e a microCT. As diferenças são devido ao Volume Total Analisado em cada Junta serem diferentes. Outro fator a ser considerado é o termo fonte que influencia na qualidade da imagem obtida. Uma fonte de raios X ideal apresentaria um tamanho focal pontual, pois qualquer fonte (por menor que seja seu diâmetro) gera uma penumbra geométrica na imagem de um objeto. E o tamanho e a forma do foco contribuem para a qualidade da imagem resultante.

De acordo com BUSHBERG (2002) em fontes pontuais, a magnificação da imagem ocorre quando aproximamos o objeto do ponto focal. A magnificação (M) pode ser calculada em função da distância Fonte-Objeto (A), e a distância Objeto-Detector (B), conforme a equação 5.1.

$$M = \frac{A+B}{A} \quad (5.1)$$

Quando se utiliza uma fonte comum, o aumento da magnificação aumenta a região de penumbra (D_{imagem}), causando uma degradação na resolução espacial, de acordo com a equação 5.2.

$$\frac{D_{imagem}}{F} = \frac{A+B-A}{A} = M - 1 \quad \Rightarrow \quad D_{imagem} = F(M - 1) \quad (5.2)$$

A fonte de raios X utilizada em microCT contém um menor tamanho focal. Ou seja, a magnificação não gera grande influência na penumbra. Neste caso, a magnificação está diretamente relacionada com a redução do tamanho de pixel efetivo da imagem, que auxilia na melhora da resolução espacial.

Tabela 5.6 – Resumo dos resultados quantitativos.

Técnica	Parâmetros	Amostras			
		Junta 1	Junta 2	Junta 3	Junta 4
TC	Volume Total avaliado (mm ³)	5,80x10 ⁵	4,40x10 ⁵	8,84x10 ⁵	9,86x10 ⁵
	Percentual de Matriz (Resina)	83,76	85,84	86,01	64,08
	Percentual de Reforço	11,58	8,62	5,33	32,64
	Percentual de Defeitos	0,12	0,53	0,44	0
microCT	Volume Total avaliado (mm ³)	6,22x10 ⁵	4,86x10 ⁵	9,05x10 ⁵	9,54x10 ⁵
	Percentual de Matriz (Resina)	92,52	92,60	89,53	91,90
	Percentual de Reforço	7,23	6,80	9,92	7,99
	Percentual de Defeitos	0,27	0,60	0,55	0,11

5.3.1. Análises qualitativas: Planificação e cortes 2D

Devido a natureza cilíndrica dos corpos de prova utilizados nesse estudo, a medição da extensão dos defeitos através dos processos anteriores ficou comprometida. O processo de medição de superfícies curvas traça uma reta em um espaço tridimensional. Planificar as imagens é uma das maneiras de analisar os defeitos em juntas PRFV, pois permite uma visão da extensão do defeito na região de interesse, além de possibilitar a comparação com outras técnicas, como ultrassom.

A planificação das imagens de microCT foi realizada pelo *software* VGStudio Max através da ferramenta de polilinha. Esse método possibilita o desenrolamento de cilindros para que imagens planas sejam fornecidas. A escolha pela polilinha foi uma alternativa à ferramenta *unroll* que estava indisponível no pacote de ferramentas fornecido pelo software até a elaboração dessa tese. As imagens planificadas foram manipuladas no *software* Avizo Fire para fornecer um volume e utilizamos para ilustrar os defeitos que foram encontrados pelos processos anteriores. Entretanto, não realizamos a medição dos defeitos por falta de ferramenta adequada. Outra maneira de visualizar discontinuidades ou defeitos é fornecendo modelos 2D das imagens. Nesse trabalho os cortes 2D das Juntas foram obtidos com o *software* Data Viewer. As figuras 5.37 a 5.44 ilustram essas análises qualitativas.

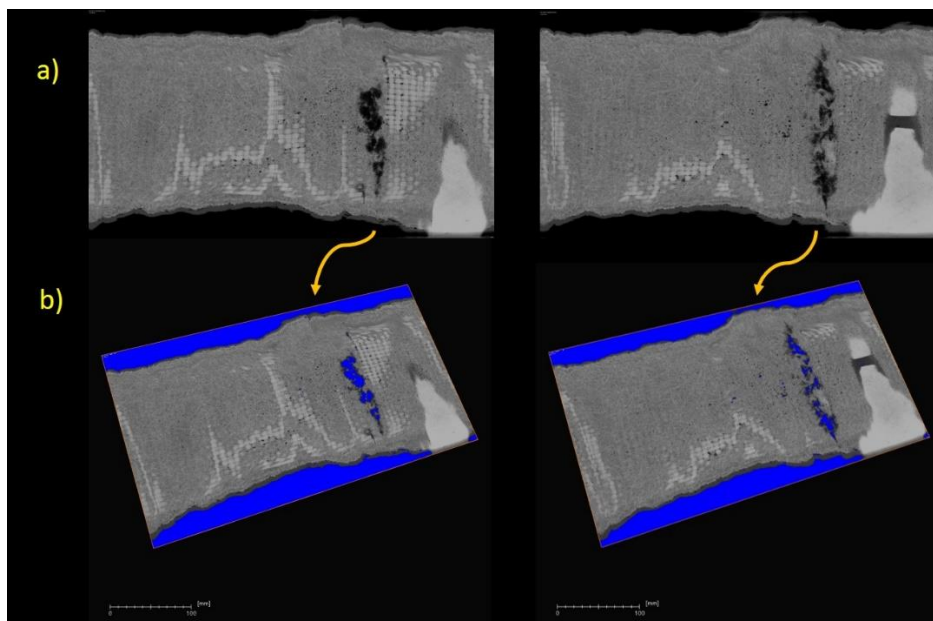


Figura 5.37: Planificação das imagens da Junta 1. Em (a) uma única imagem planificada. Em (b) junção de todas as imagens planificadas destacando *slices* diferentes.

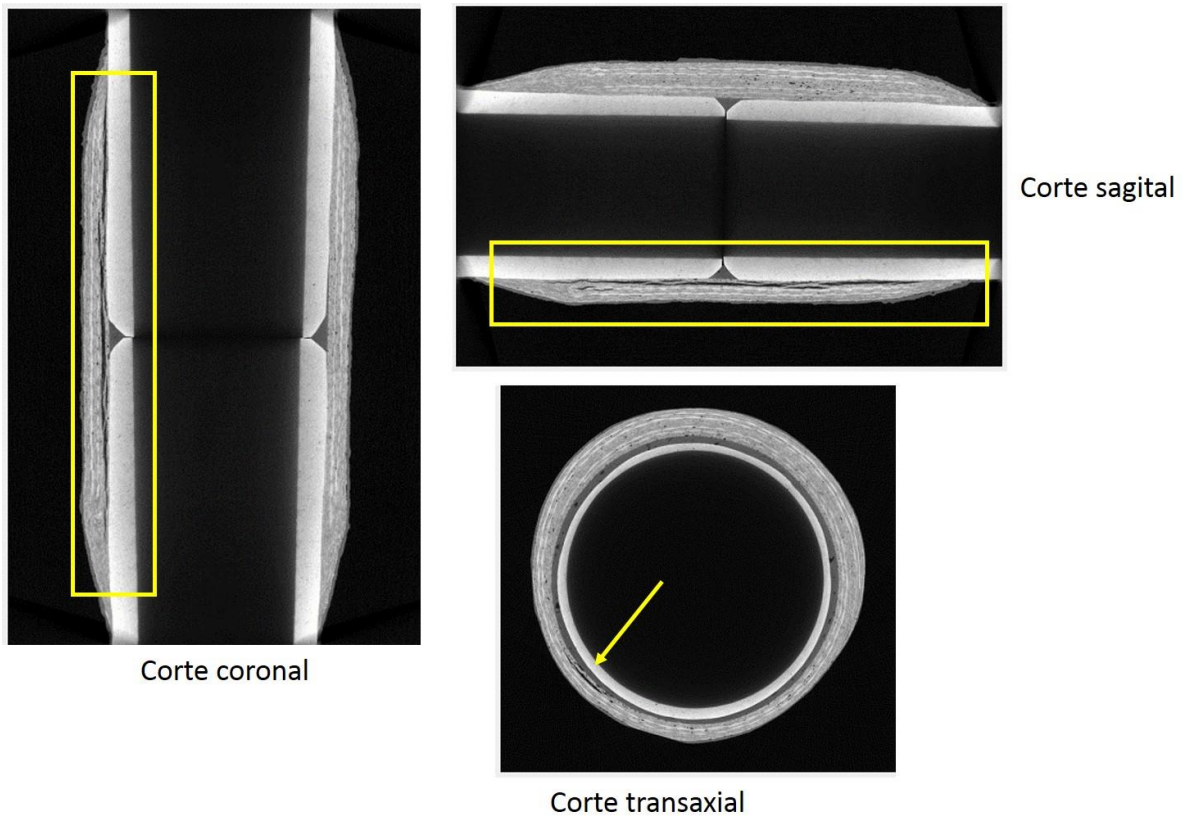


Figura 5.38: Vistas 2D da Junta 1 evidenciando defeitos na mesma região.

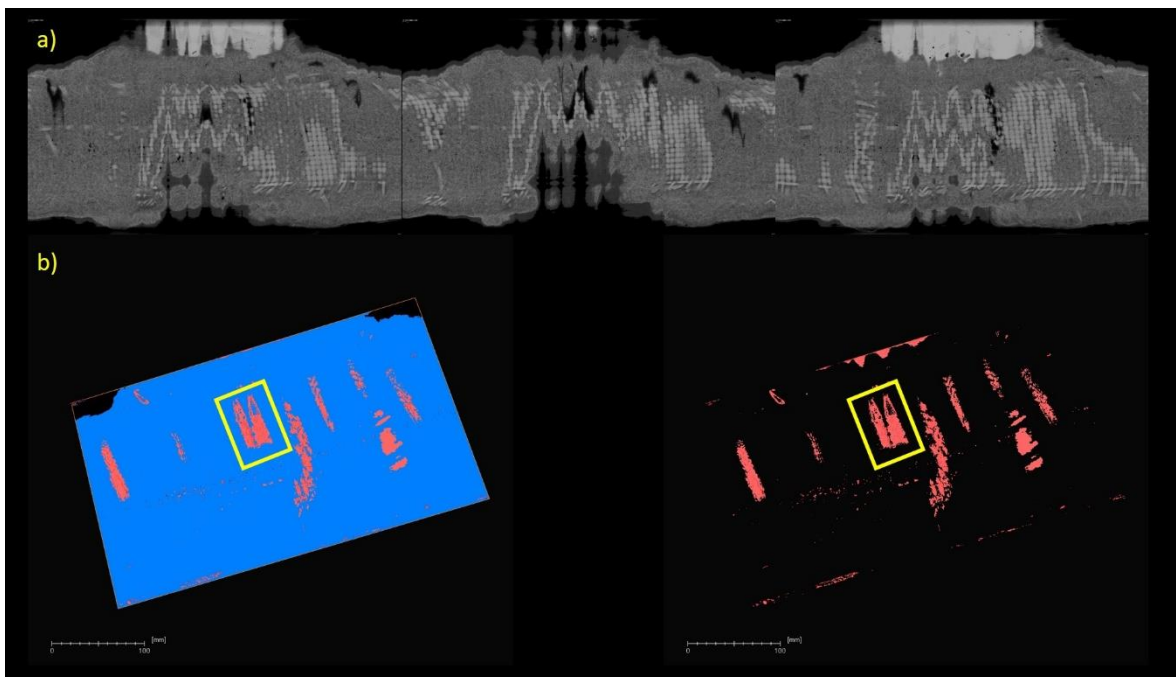


Figura 5.39: Planificação das imagens da Junta 2. Em (a) uma única imagem planificada. Em (b) junção de todas as imagens planificadas destacando *slices* diferentes.

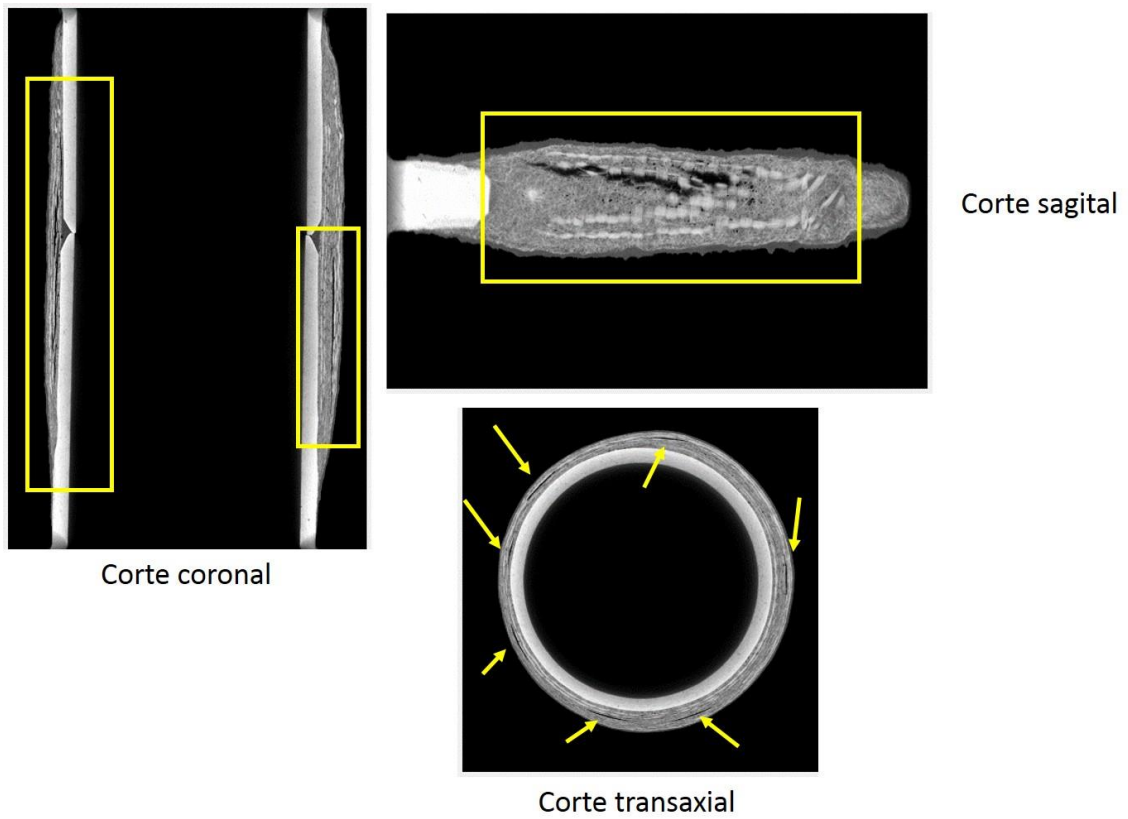


Figura 5.40: Vistas 2D da Junta 2 evidenciando defeitos na mesma região.

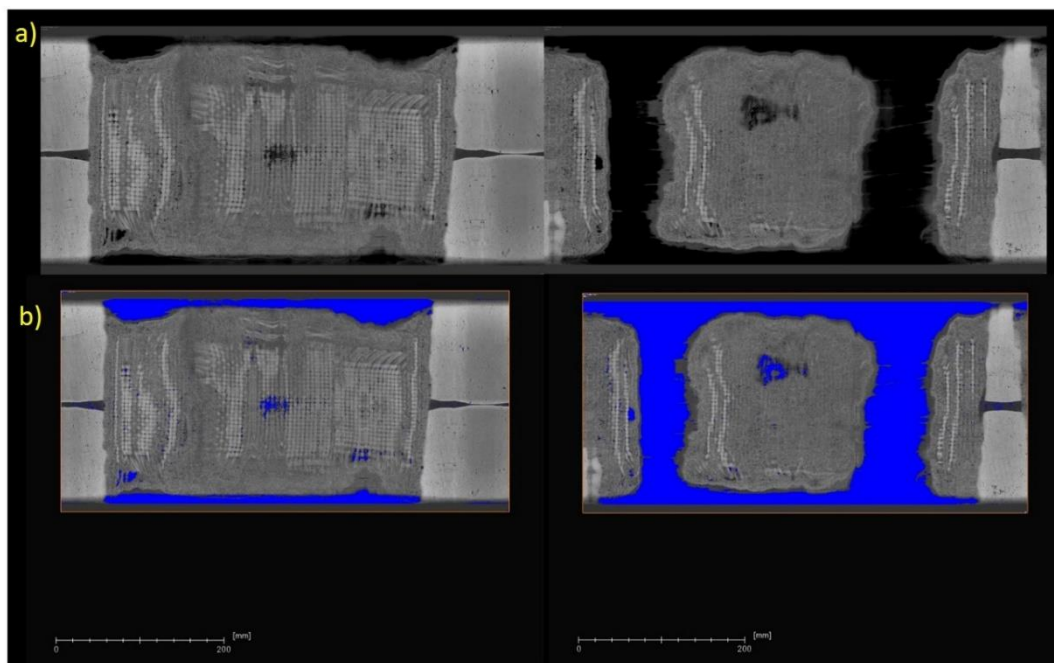


Figura 5.41: Planificação das imagens da Junta 3. Em (a) uma única imagem planificada. Em (b) junção de todas as imagens planificadas destacando *slices* diferentes.

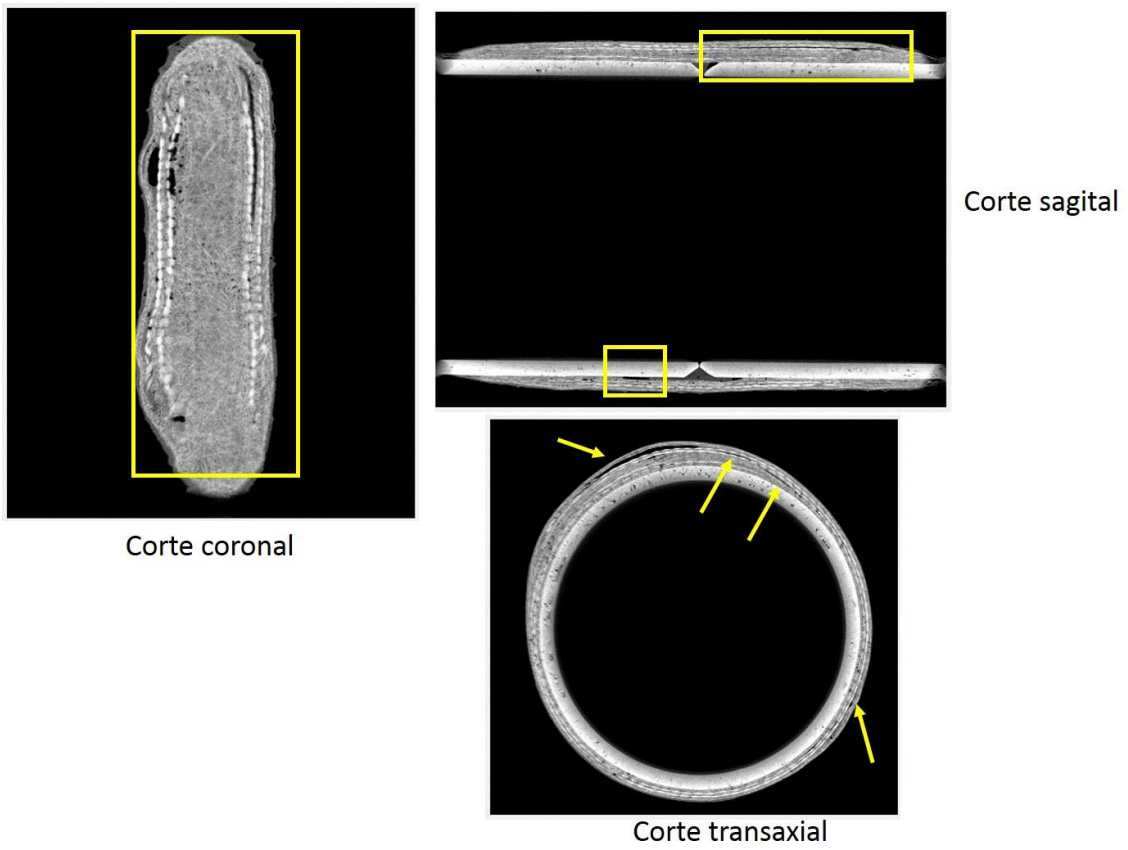


Figura 5.42: Vistas 2D da Junta 3 evidenciando defeitos na mesma região.

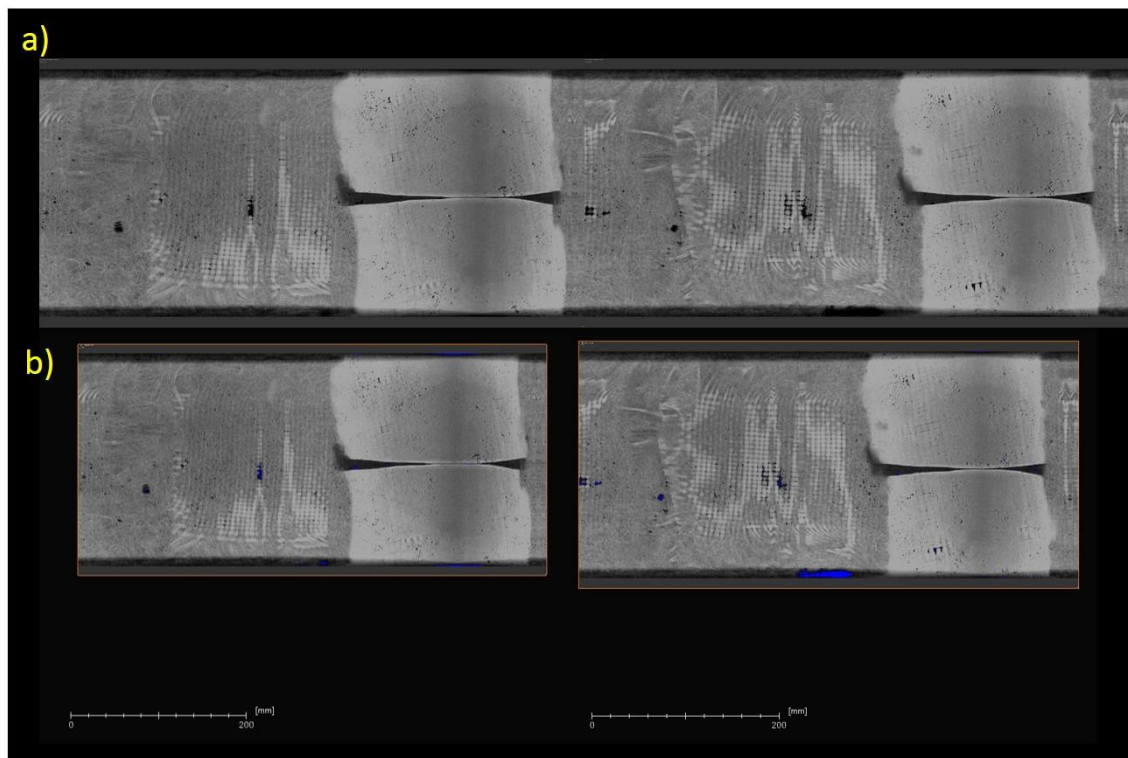


Figura 5.43: Planificação das imagens da Junta 4. Em (a) uma única imagem planificada. Em (b) junção de todas as imagens planificadas destacando *slices* diferentes.

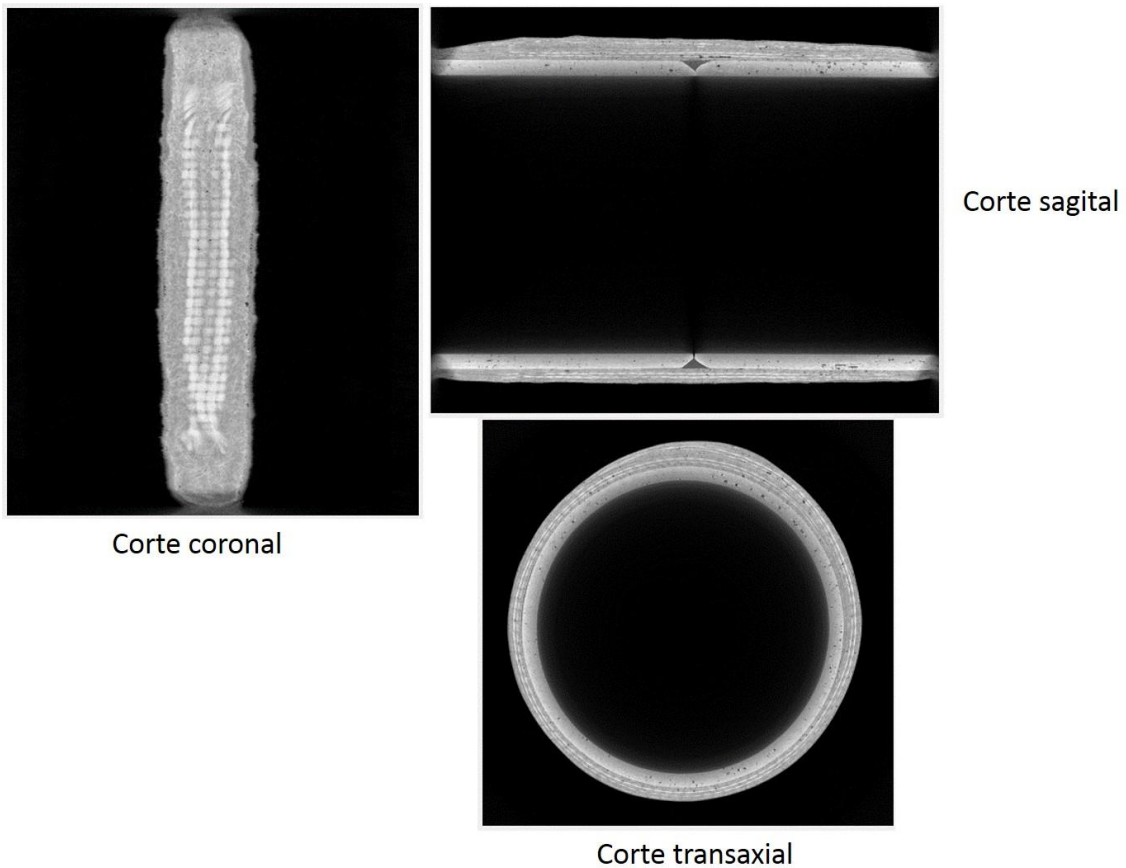


Figura 5.44: Vistas 2D da Junta 4 evidenciando defeitos na mesma região.

A ferramenta de polilinha desenrola o cilindro criando uma sobreposição em regiões da amostra. Dessa forma, pode ocasionar a duplicidade de informações, conforme demonstra a região destacada (retângulo amarelo) na figura 5.39. Por esse motivo a medição da extensão dos defeitos fica comprometida.

Os cortes 2D forneceram resultados semelhantes aos visualizados na técnica de radiografia digital, especialmente para os cortes sagital e coronal.

No capítulo 6 são apresentadas as considerações finais e sugestões para trabalhos futuros.

CAPÍTULO 6

CONSIDERAÇÕES, CONCLUSÕES E SUGESTÕES

É assim que a ciência funciona. As pessoas têm ideias, desenvolvem os esboços, e depois elas mesmas ou outros checam os detalhes. O fato de que a ideia inicial teve de ser modificada após um maior escrutínio não é um sinal de inépcia – é apenas sinal de que a ciência é difícil e que o progresso é com frequência incremental.

(Lisa Randall)

A epígrafe acima tem o seu propósito. Quando iniciamos esse trabalho muitas dúvidas permeavam os horizontes de meus pensamentos, mas sem dúvida a maior delas era: por onde começar? Uma resposta óbvia seria: pelo começo. Os momentos mais críticos são os estágios que envolvem ajustes, avançando e retrocedendo, até que teoria e experimento entrem em harmonia sobre o que deve ser feito. Ainda que as ideias possam mudar, mesmo que de forma drástica, os experimentos revelam dados importantes. Esses dados podem desencadear mudanças de paradigmas ou apenas acrescentar um apanhado de informações sobre tudo o que já vem sendo feito em Ensaio Não Destrutivo (END) aplicados aos materiais compósitos.

A utilização de materiais compósitos é crescente no ramo industrial e, conseqüentemente, há a necessidade de técnicas de inspeção que ofereçam o melhor custo-benefício. De certo uma técnica de inspeção, isoladamente, não fornecerá todos os requisitos de informações necessários para garantia de integridade desses materiais durante o seu processamento ou vida útil. Contudo, utilizamos a Radiografia Digital, a Tomografia Computadorizada e a Microtomografia Computadorizada para inspecionar juntas laminadas de material compósito polimérico reforçados por fibra de vidro.

Grande parte das inspeções de PRFV são feitas visualmente ou com a utilização de técnicas de ultrassom. Nesse trabalho utilizamos técnicas com fontes de raios X, pois a estrutura dos materiais compósitos (heterogeneidade) é excelente para formação de imagens e fornece resultados estáveis. Em todas as técnicas o detector utilizado foi do

tipo *Flat Panel*, garantindo maior sensibilidade²² na conversão da radiação em sinal em um baixo tempo de exposição.

A técnica de RD detectou as fitas de acetato inseridas nas Juntas 2 e 3, para simular defeitos, e forneceu suas dimensões. Além disso, detectou a presença de descolamento duto/laminado com traços de delaminações entre as camadas da Junta 1 que, segundo o fabricante, não era defeituosa. Demonstrou visualmente as paredes e a união dos dutos e, suas camadas laminadas. A precisão da medição da extensão dos defeitos foi influenciada pela configuração do arranjo experimental (PDVD) e pelo próprio tipo de fabricação (camadas laminadas). Entretanto, a capacidade de detectabilidade de defeitos mostrou-se satisfatória.

Aproveitamos a geometria do arranjo experimental e imagens da RD para realizar a TC dos corpos de prova. Os dados oriundos das radiografias foram adaptados para se adequar ao *software* de reconstrução. Com isso, conseguimos resultados de quantificação dos volumes de matriz (resina), reforço e defeitos. Essas são informações importantes, pois, de acordo com alguns estudos, a verificação do volume de cada fase presente nos materiais compósitos é um indicativo da qualidade estrutural. Atualmente essa informação é determinada pelo processo de fabricação adotado.

Os resultados da TC têm relação direta com os resultados da RD. Dessa maneira, foram detectados defeitos na Junta 1, 2 e 3. Na Junta 4 não foi detectado nenhum defeito, em concordância com as informações do fabricante. Novamente, a quantificação dos dados sofreu influência de ruídos oriundos da aquisição e adaptação das imagens radiográficas pelo mesmo motivo explicado anteriormente. Isso implicou a utilização de *plug-ins* de correção durante a segmentação, o que ocasionou na perda de algumas informações sobre o percentual de volume de cada fase nas Juntas. Entretanto, a TC, da forma como foi realizada, é uma alternativa à falta de um tomógrafo que comporte amostras de grande porte, como as inspecionadas nessa tese. Além disso, assim como na RD, é possível utilizar essa configuração experimental em campo para inspeções de rotina. Para tal, é necessário, dentre outros, a utilização de fontes de raios X e de tensão portáteis para ligar o detector e computadores, além de condições de geometria para inspecionar os dutos.

²² Em relação aos detectores convencionais.

Com os dados de RD e TC em mãos, precisávamos de alguma forma de garantir a confiabilidade nos resultados. Com esse objetivo utilizamos a microCT para inspecionar as quatro Juntas fornecidas. Os parâmetros de aquisição foram otimizados para garantir a melhor qualidade com o menor tempo de inspeção. Em seguida, a metodologia de segmentação da TC foi utilizada na microCT, com a adição de outros tipos de avaliação.

Os volumes de cada fase foram verificados. Os resultados de microCT, para análise dos volumes, diferenciou numericamente dos resultados de TC de acordo com o volume total analisado. Entretanto, um padrão foi observado: as Juntas 2 e 3 apresentaram os maiores percentuais de defeitos detectados – o que está de acordo com as informações do fabricante – fornecendo confiabilidade nos resultados de TC, sendo apenas uma questão de ajuste das regiões de interesse e/ou na melhora do ruído durante a aquisição. A capacidade da microCT em detectar pequenas estruturas possibilitou que fossem visualizados alguns defeitos ou não conformidades na Junta 4.

O método de avaliação de espessura de objetos foi utilizado para fornecer mais informações sobre os tipos de defeitos detectados. Assim, o percentual de volume em um range de espessura pôde ser determinado. Outra metodologia para identificar os tipos de defeitos foi a determinação da esfericidade dos mesmos. Defeitos mais esféricos tendem a ser vazios/porosidades e defeitos menos esféricos tendem a ser delaminações ou descolamentos. Embora os percentuais de defeitos tenham ficado abaixo de 1%, os dados sobre o tipo de defeito pode influenciar na tomada de decisão de reparo ou substituição do duto inspecionado.

Modelos 3D das Juntas foram produzidos para as técnicas de TC e microCT. A planificação foi feita somente para a microCT devido aos dados de saída da TC serem incompatíveis com o *software* utilizado.

A microCT validou os resultados da TC fornecendo dados mais refinados. Uma desvantagem desse tipo de inspeção é a carência de sistemas que comportem grandes amostras e, principalmente, de sistemas para inspeção em campo. Espera-se que essa limitação seja temporária, pois a microCT é uma forte candidata a liderar a inspeção de compósitos, seja pela eficiência e precisão, seja pelo baixo tempo necessário para inspeção.

6.1 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Parafraseando Lisa Randall: nossas considerações e conclusões são, inicialmente, enraizadas na elegância e consistência teórica, mas em última instância é o experimento – e não nossa crença rígida – que determina o que está correto. É com esse sentimento que finalizamos essa tese sugerindo a busca por medições que atendam cada vez mais às exigências de qualidade do setor industrial.

- ✓ Para a técnica de RD seria interessante a fabricação de um Indicador de Qualidade da Imagem (IQI) feito a partir dos materiais que compõe as Juntas para a avaliação de contraste radiográfico. Além disso, a avaliação de outras técnicas radiográficas, como Parede Dupla Vista Simples (PDVS) para descartar a influência de duas paredes durante a análise das radiografias.
- ✓ O algoritmo utilizado na reconstrução das imagens de TC é de um sistema específico de microCT. Um algoritmo que reconheça os dados diretamente do sistema de TC utilizado se faz necessário para otimizar o tempo de reconstrução.
- ✓ Realizar ensaios em PRFV com RD e TC sob as condições de campo.
- ✓ Realização de ensaios em PRFV utilizando fontes de radiação γ para avaliar a detectabilidade em comparação às fontes de raios X.
- ✓ Por fim, comparar as técnicas de inspeção que utilizam radiação ionizante com técnicas de ultrassom.

REFERÊNCIAS

AIDI, B., PHILEN, M.K., CASE, S.W., 2015. “*Progressive damage assessment of centrally notched composite specimens in fatigue*”, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, v. 74, pp. 47-59.

ALMEIDA, P. D. de., 2016, *Aplicação da técnica phased array na inspeção de juntas de tubulações em material polimérico reforçado por fibra de vidro*. Dissertação de M.Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

ALMEIDA, S. P. de S., 2004, *Avaliação das Propriedades Mecânicas de Compósitos Pultrudados de Matriz Polimérica com Reforço de Fibra de Vidro*. Dissertação de M. Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

ANDREUCCI, R., 2017 Apostila de Radiologia Industrial. Fonte: <http://www.abendi.org.br>.

ASTM E2736-10, Standard Guide for Digital Detector Array Radiology, July, 2010.

ATTIX, F. H., *Introduction to radiological physics and radiation dosimetry*, 1ª ed., Ed. Eiley, J. e Sons, New York, USA: 1986.

BAYRAKTAR, E., ANTOLOVICH, S.D., BATHIAS, C., 2008, “*New developments in non-destructive controls of the composite materials and applications in manufacturing engineering*” Journal of Materials Processing Technology, V. 206 (1–3), pp. 30-44.

BOILER, A., CODE, P.V. *Section v: Nondestructive examination*. Subcommittee on Fiber-Reinforced Plastic Pressure Vessels, 2011.

BUSHBERG, J. T., SEIBERT, J. A., LEIDHOLDT, E. M. JR., BOONE, J. M., 2002. *The Essential Physics Medical Imaging*. 2ed. Philadelphia, Lippincott Williams and Wilkins.

BUZUG, T. M., 2008. *Computed Tomography: From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT*. Verlag Berlin Heidelberg, Springer.

CALLISTER, Jr., WILLIAM, D., *Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução*, 1ª ed., Rio de Janeiro: LTC, 2002.

CASTRO, C. R. F., 2006, *Tomografia por Difração de Raios X em Tecidos Biológicos Utilizando Radiação Síncrotron*. Tese de D.Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

CNUUDE, V., BOONE, M. N., 2013, "High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications", *Earth-Science Reviews*, v. 123, pp. 1-17.

CHOI, S., LEE, S., LEE, Y. J. et al., "Feasibility of ray- and pixel-driven projector/back-projector in linear motion tomosynthesis", *Physics of Medical Imaging*, v. 9412. In: SPIE Medical Imaging, Orlando, Florida, United States, 2015.

DALEN, G. V., KOSTER, M. K., 2012. "2D & 3D particle size analysis of micro-CT images", Unilever Res Dev Netherlands.

Du PLESSIS, A., Olawuyi, B.J., Boshoff, W.P. et al., 2016, "Simple and fast porosity analysis of concrete using X-ray computed tomography", *Materials and Structures*, v. 49, pp. 553-562.

Du PLESSIS, A., ROUX, S. G., GUELPA, A., 2016. "Comparison of medical and industrial X-ray computed tomography for non-destructive testing", *Case Studies in Nondestructive Testing and Evaluation*, v.6 Part A, pp. 17-25.

FELDKAMP, L. A., DAVIS, L. C., KRESS, W., 1984, "Practical cone-beam algorithm", *Journal Optical Society of America*, v. 1, n 6, pp. 612-619.

FREIRE, E., MONTEIRO, E. E. C., CYRINO, J. C. R., 1994. "Propriedades Mecânicas de Compósitos de Polipropileno com Fibra de Vidro", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 4, pp. 25-32.

GONZALEZ, R., WOODS, R., *Digital Image Processing*. 2ed. New Jersey, USA: Prentice Hall, 2002.

HSIEH, J., 2009. *Computed Tomography: Principles, Design, Artifacts, and Recent Advances*. 2 ed. New York, John Wiley & Sons.

LEARL, A. S. C., SILVA, S. M. L., ARAÚJO, C. J. de., 2012. "Comportamento termomecânico de compósitos ativos preparados com nanocompósitos epóxi/argila organofílica e fios de liga Ni-Ti com memória de forma", *Polímeros: ciência e tecnologia*, vol.22, n2, pp. 134-141.

LEVY NETO, F., PARDINI, L. C., *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia*. 2 ed. São Paulo: Blucher; 2016.

LIMA, I., 2008. *Ethanol bonne evaluation using 3D*. *Micron*, Vol. 39, pp. 622.

LIMA, I., 2007. *Characterization of osteoporotic bone structures by bidimensional images through x-ray microfluorescence with synchrotron radiation*. X-Ray Spectrometry, Vol. 37, 99. 249-254.

LITTLE, J. E., YUAN, X., JONES, M. I., 2012. "Characterization of voids in fibre reinforced composite materials", *NDT & E Internacional*, v. 46, pp. 122-127.

LOCKARD, C. D., 2015, *Anomaly detection in radiographic images of composite materials via crosshatch regression*. (1586713 M. A.), Mills College, Ann Arbor. Disponível em: <https://search.proquest.com/openview/d854b3c1edf3e50f802765708899dc38/1?pq-origsite=gscholar&cbl=18750&diss=y> Acesso em 25/02/2019.

LOPES, B. L. S., *Polímeros Reforçados por fibras vegetais: Um resumo sobre esses compósitos*. São Paulo: Blucher, 2017.

MACHADO, A. S., 2015, *Caracterização Geológica de Rochas Carbonáticas Através da Técnica de Microtomografia Computadorizada de Raios X*, Tese de D.Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

MELENKA, G. W., LEEP, E. CHEUNG, B. K. O. *et al.*, 2015. "Micro-computed tomography analysis of tubular braided composites", *Composite Structures*, v. 131, pp. 384-396.

MOREIRA, E. V., FRITZ, M. C., SIMÕES, H. R. *et al.*, "Flat-panel detectors are accepted for digital radiography in place of conventional radiography in pipeline weld inspection", In: IV Conferência Panamericana de END, Buenos Aires, Outubro 2007.

NIKISHKOV, Y., AIROLDI, L., MAKEEV, A., 2013. "Measurement of voids in composites by X-ray Computed Tomography", *Composite Science and Technology*, v. 89, pp. 89-97.

OKUNO, E., YOSHIMURA, E. M., *Física das Radiações*. São Paulo: Oficina de Textos, 2010.

OLIVEIRA, D. F., 2010, *Desenvolvimento de Sistema de Inspeção por Técnicas Radiográficas na Análise de Perda de Adesão em Dutos Compósitos*, Tese de D.Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

RANDALL, L., *Batendo à porta do céu: O bóson de Higgs e como a física moderna ilumina o universo (tradução)*. 1 ed, São Paulo: Companhia das Letras, 2013.

RODRIGUES, M. R. A., 1991, *Estudo de reações de cura da resina epóxi (ARALDIT F) com anidrido Ftálico e trietilamina como iniciador*, Dissertação de M.Sc.; UFRGS, Rio Grande do Sul, Brasil.

SCHELL, J. S. U., RENGGLI, M., LENTHE, G. H. van. *et al.*, 2006, "Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure", *Composites Science and Technology*, v. 66, pp. 2016-2022.

SCOTT, A. E., SINCLER, I., SPEARING, S. M. *et al.*, 2014. "Influence of voids on damage mechanisms in carbon/epoxy composites determined via high resolution computed tomography", *Composites Science and Technology*, v. 90, pp. 147-153.

SILVA, A. M. R. da, MACHADO, A. C., OLIVEIRA, D. F. *et al.*, 2015, "X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, v. 349, pp. 184-191.

SILVA, W. C. D. da S., MARINHO, C. A., MARTINS, F. D. F., 2017. "Inspeção de Uniões Adesivadas e Laminadas com Tomografia Computadorizada, Microtomografia e Ultrassom". In: *14ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*. Rio de Janeiro, maio.

SIMÕES, C. C., CAMPOS, P. S. F., 2013. "Influência do tamanho do voxel na qualidade da imagem tomográfica: revisão de literatura", *Revista Da Faculdade De Odontologia – UPP*, v. 18, n. 3, pp. 361-364.

SOBRINHO, L. L., 2009, *Desenvolvimento de tubos compósitos visando aplicação como risers*, Tese de D.Sc.; UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

STARK, E. B., SEFERIS, J. C., 1985. "Kinect information from multiple thermal analysis techniques", *Polymer Preprints. ACS*, v. 26, n. 1, pp. 23-25.

TELES, A. de P., 2016, *Aplicação da Microtomografia Computadorizada de Raios X por Dupla-Energia na Caracterização de Materiais Porosos*, Tese de D.Sc.; COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

TAUHATA, L., SALATI, I. P., Di PRINZIO, R., *et al.*, *Radioproteção e Dosimetria: Fundamentos*. Instituto de Radioproteção e Dosimetria-CNEN, 2003.

ANEXO I

Artigo publicado nos Anais de eventos do 72º Congresso Annual da ABM
DOI: 10.5151/1516-392X-30575 - vol. 72, num.72 (2017) p. 1913-1921.



ENSAIO RADIOGRÁFICO DE JUNTAS LAMINADAS DE MATERIAL POLIMÉRICO REFORÇADO POR FIBRA DE VIDRO*

*Cintia Guimarães Ferreira¹
Davi Ferreira de Oliveira¹
Ricardo Tadeu Lopes¹
Fabiana Dias Fonseca Martins²
Gabriela Ribeiro Pereira³*

Resumo

O uso de materiais compósitos possibilitou relevante avanço tecnológico em áreas biomédicas e industriais. As matrizes poliméricas reforçadas por Fibra de Vidro são predominantes em nível comercial devido à facilidade no processo de fabricação. Entretanto, podem apresentar variabilidade intrínseca de propriedades devido a fatores importantes, tais como: não uniformidade e não conformidades relativas ao reforço e matriz. Inspeções visuais identificam defeitos característicos de distorção de fibras, bolhas superficiais e áreas secas de impregnação. Para detectar porosidades, trincas ou delaminações outros métodos são necessários. Este estudo apresenta a técnica de Radiografia Direta (RD) para a inspeção de materiais compósitos. Utilizou-se um detector *Flat Panel* do tipo silício amorfo (α Si), uma fonte de raios X de potencial constante e uma mesa controlada por Arduino. Foram realizadas radiografias de duas juntas de 4 polegadas de diâmetro nominal de material polimérico reforçado por fibra de vidro. Como resultado, foram detectados defeitos de delaminação, descolamento, trincas e porosidades, que não poderiam ser detectados visualmente.

Palavras-chave: Radiografia Digital; Materiais Compósitos; Fibras.

RADIOGRAPHIC ASSAY OF LAMINATED JOINTS OF POLYMERIC MATERIAL REINFORCED BY GLASS FIBER

Abstract

The use of composite materials made possible technological advances in biomedical and industrial areas. Polymeric matrices reinforced by Glass Fiber are predominant with respect to manufacturing. However, they may present intrinsic properties variability due to important factors, such as: non-uniformity and non-conformities related to reinforcement and matrix. Visual inspections identify defects characteristic of fiber distortion, surface bubbles, and dry areas of impregnation. To detect porosity, cracking or delamination other methods are required. This study presents the technique of Direct Radiography (RD) for the inspection of composite materials. An amorphous silicon-type Flat Panel detector (α Si), a constant potential X-ray source, and an Arduino-controlled table were used. Radiographs of two 4-inch diameter nominal joints of glass fiber reinforced polymer material were performed. As a result, delamination, detachment, cracking and porosity defects were detected, which could not be detected visually.

Keywords: Direct Radiography; Composite materials; Fibers.

¹ Laboratório de Instrumentação Nuclear, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil – cintia_gf@ln.ufr.br.

² CENPES/Petrobrás - fabianadf@petrobras.com.br.

³ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais- COPPE/UFRJ - gpereira@metalmat.ufrj.br.

* Contribuição técnica ao 72º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 17º ENEMET – Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 02 a 06 de outubro de 2017, São Paulo, SP, Brasil.

1. INTRODUÇÃO

A crescente utilização de materiais compósitos em aplicações aeroespaciais, biomédicas, indústria automobilística, entre outros, exige, na mesma proporção, a busca por informações técnicas e maior aprofundamento no assunto. Combinações de diferentes materiais resultam num componente de características físicas, químicas e mecânicas únicas. E o resultado final depende, além dos constituintes e respectivas frações volumétricas, de todo o processo de fabricação adotado.

Dentre os materiais compósitos, os de matriz polimérica são mais comumente utilizados, pois se processam a temperaturas abaixo de 300°C e não necessitam de altas pressões de moldagem [1]. Em relação ao reforço, a fibra de vidro é o tipo mais utilizado em compósitos com matriz polimérica devido ao baixo custo e alta resistência à tração.

Em relação ao processamento de juntas laminadas, o processo de moldagem manual (*hand lay-up*) não envolve nenhum investimento em equipamentos para a manufatura, sendo dependente das habilidades do operador, em quase sua totalidade. Deste tipo de processamento podem resultar compósitos sem compromisso estrutural, com uma pequena fração volumétrica de reforço e com consideráveis frações volumétricas de vazios [2].

A inspeção é uma etapa importante em um procedimento básico de avaliação da qualidade de preparação de corpos de prova para determinação de admissíveis de projeto [3,4]. A inspeção visual é capaz de identificar defeitos característicos de distorção de fibras, bolhas superficiais ou áreas secas. Entretanto, apresenta-se ineficiente para detectar trincas, porosidades e defeitos internos ao material. Técnicas de ultrassom podem ser utilizadas como alternativa de inspeção, mas apresentam limitações devido à heterogeneidade e anisotropia do material [5]. E justamente, essas características, tornam o uso da radiografia eficiente na inspeção de materiais compósitos.

O objetivo deste trabalho é apresentar os resultados obtidos com a técnica de Radiografia Direta na inspeção de juntas laminadas de material polimérico reforçado por fibra de vidro.

1.2 Revisão de literatura

A Radiografia é uma técnica de inspeção que utiliza uma fonte de raios X e um detector (analógico ou digital) para obter imagens do interior de um corpo de prova sem a necessidade de destruí-lo. A técnica baseia-se na absorção diferenciada da radiação penetrante, pelo corpo de prova inspecionado, onde as diferenças na densidade, espessura e composição do material, influenciam na imagem final.

Muito utilizada para diversos tipos de aplicações, a radiografia é capaz de detectar com boa sensibilidade defeitos de pequenas espessuras, trincas e vazios internos. A técnica tem acompanhado as demandas do setor industrial apresentando evoluções consideráveis no que tange aos detectores utilizados [6].

Em sua versão mais recente, conhecida como Radiografia Direta (RD), utiliza-se detectores *Flat Panel* ou lineares (ou *Digital Detector Array – DDA*). Com este detector, exclui-se a fase de extração da imagem latente exigida nos processos analógicos, pois os resultados são obtidos em tempo real, diretamente na tela do computador [7].

O *Flat Panel* possui milhões de *pixels* atuando como detectores individuais. Trata-se de um dispositivo eletrônico, composto por um arranjo discreto de sensores

* Contribuição técnica ao 72º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 17º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 02 a 06 de outubro de 2017, São Paulo, SP, Brasil.

analógicos, capaz de converter a radiação penetrante em sinais que serão digitalizados e transferidos para a tela de um computador. Detectores do tipo silício amorfo (α Si) contém materiais cintiladores na estrutura do *Flat Panel* para intermediar a conversão radiação-sinal digital. Assim, uma conversão radiação-luz visível-sinal digital é gerada. A imagem digital que é formada, corresponde ao padrão de energia radiológica incidente sobre a superfície do dispositivo [8].

A RD apresenta diversos benefícios que justificam sua utilização para inspeção industrial. Para que uma imagem seja gerada na tela do computador o tempo de exposição necessário pode corresponder a alguns segundos ou poucos minutos, otimizando o serviço. O baixo tempo de exposição leva em consideração a curva de sensibilidade, que para o *Flat Panel*, apresenta-se 100 vezes mais sensível do que detectores convencionais.

Embora o *Flat Panel* tenha uma resolução espacial básica (SRb) limitada pelo tamanho de seu *pixel*, essa deficiência é compensada pela alta razão sinal ruído (SNR) alcançada [9]. Outro fator a ser considerado, é a possibilidade de realizar múltiplas operações nas imagens digitais, como por exemplo, a aplicação de filtros.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizado um sistema de Radiografia Direta contendo: 1 tubo de raios X com ponto focal de 1 mm e potência máxima de 3600 W e um detector *Flat Panel* do tipo silício amorfo (α Si) com tamanho de *pixel* de 200 μ m. Os corpos de prova correspondem a duas juntas laminadas de matriz epóxi reforçadas por fibra de vidro. A junta identificada como J1, em princípio, não possui defeitos. Na junta identificada como J2 foram inseridas fitas de acetato na superfície dos dutos e entre as mantas, no intuito de simular defeitos de descolamento e delaminação, que podem ocorrer durante o processo de moldagem manual. Os parâmetros geométricos das juntas são apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Identificação dos corpos de prova

Amostra	Diâmetro (mm)	Espessura aproximada (mm)	Presença de defeitos
J1	101,6 (4")	mín. 13, máx. 27	Não
J2	101,6 (4")	mín. 10, máx. 30	Sim

O processo de aquisição foi semi-automatizado, onde o detector e a mesa trabalham individualmente, comandados pelo operador. A técnica de exposição utilizada foi a de Parede Dupla Vista Dupla (PDVD), onde o feixe proveniente da fonte atravessa duas espessuras projetando duas seções do corpo de prova no detector.

Os corpos de prova foram posicionados em cima de uma mesa dotada de um sistema de rotação controlado por Arduino. Para cada amostra foram realizadas 360 radiografias, rotacionando de 1 grau. O software de aquisição, fornecido pelo fabricante do detector, controla o funcionamento do *Flat Panel*. Nele é possível selecionar informações como ganho, quantidade de frames e tempo de aquisição. O tubo de raios X possui um painel de controle de tensão e corrente.

Os parâmetros operacionais utilizados foram: tensão do tubo de 70 kV, corrente de 5 mA, tempo de aquisição de 1 s, 5 frames e distância fonte-detector de 1200 mm. A cada exposição, uma projeção da amostra é gerada diretamente na tela do computador. As radiografias foram analisadas individualmente através do software

* Contribuição técnica ao 72º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 17º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 02 a 06 de outubro de 2017, São Paulo, SP, Brasil.

fornecido pelo fabricante do detector. A figura 1 ilustra o arranjo experimental durante a exposição.

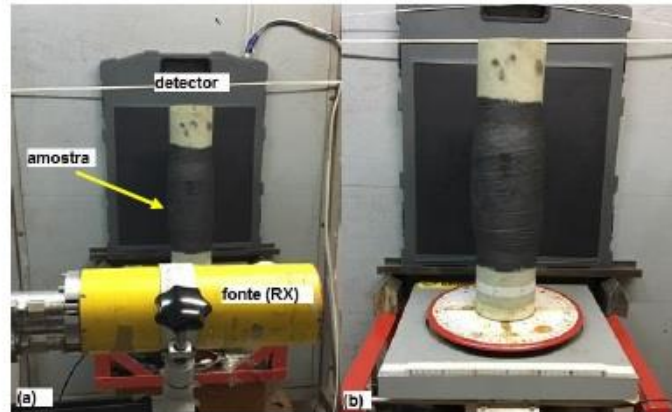


Figura 1. (a) arranjo experimental. (b) destaque para a mesa de rotação e amostra posicionada.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conhecendo-se a espessura e o material do corpo de prova, os parâmetros operacionais, para obter uma radiografia, podem ser estimados teoricamente. Entretanto, o exame visual das imagens é necessário para garantir que todas as regiões de interesse estejam visíveis. As figuras 2 e 3 demonstram que os parâmetros operacionais estão adequados ao objetivo do estudo. Nas radiografias estão visíveis a união dos dutos, as soldas poliméricas e a camada laminada de cada junta.

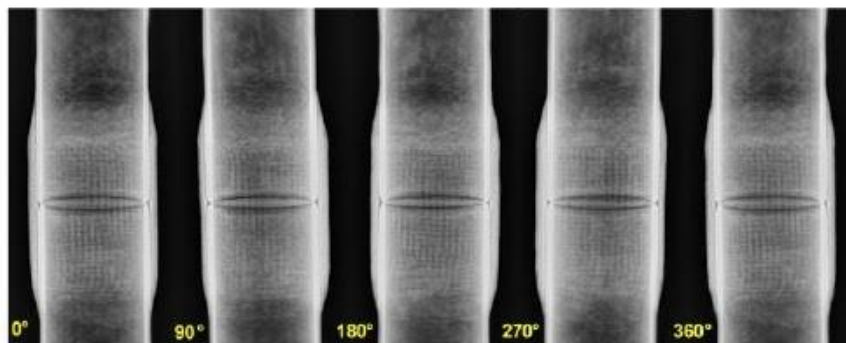


Figura 2. Radiografias da junta 1, variando o ângulo em 90°.

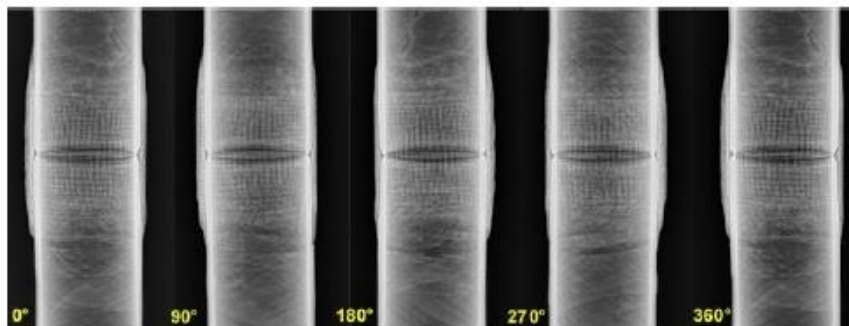


Figura 3. Radiografias da junta 2, variando o ângulo em 90°.

Com a variação angular foi possível observar detalhes não apresentáveis à primeira vista. As radiografias da junta 1, entre as posições 50° e 80°, demonstraram a presença de descolamento manta-duto. É importante ressaltar que nesta junta não foi inserido nenhum defeito proposital. Na figura 4 pode-se observar o defeito em destaque na posição 68°.

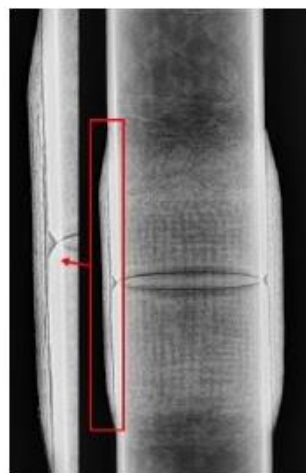


Figura 4. Descolamento manta-duto detectado na radiografia da junta 1.

Outro defeito detectado pelas radiografias da junta 1: a presença de trinca na parede do duto. Esse resultado foi identificado nas posições 100° a 119° e indica que a RD é capaz de detectar pequenas alterações na densidade de materiais poliméricos. Na figura 5 está destacada a trinca referente a posição 106°.

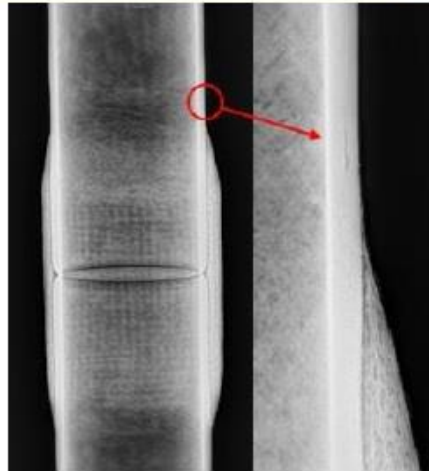


Figura 5. Trinca detectada na parede do duto da junta 1.

Conforme esperado, as radiografias da junta 2, detectaram a presença dos defeitos inseridos. Porosidades agrupadas e isoladas foram observadas em todas as posições. Além disso, um deslocamento manda-duto foi percebido em algumas posições. As figuras 6 e 7 destacam os respectivos defeitos.

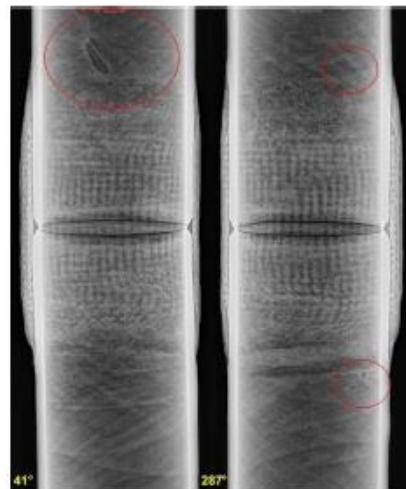


Figura 6. Presença de poros agrupados e isolados nas posições 41° e 287° da junta 2.

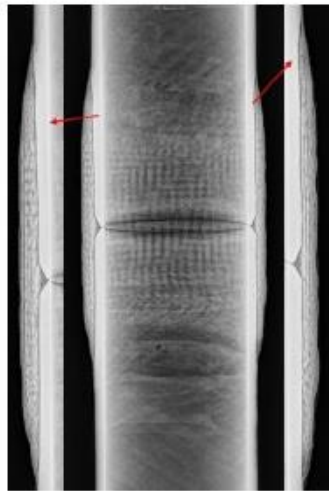


Figura 7. Descolamento verificado na posição 135° da junta 2.

As fitas de acetato, inseridas entre as mantas e na superfície do duto, da junta 2 não foram bem detectadas pelas radiografias. Um padrão parece representar alguma delaminação entre as mantas, conforme demonstrado pela figura 8. Entretanto, medições mais apuradas precisam ser realizadas.



Figura 8. Padrões identificados nas posições 255° e 274° da junta 2.

4 CONCLUSÃO

Os raios X não são absorvidos da mesma forma por diferentes materiais. Por este motivo, a heterogeneidade e anisotropia dos materiais compósitos indicam bons resultados para a utilização de Radiografia Direta na inspeção de juntas laminadas de materiais poliméricos reforçados por fibra de vidro.

As radiografias demonstraram potencial para identificar os padrões de materiais presentes em ambas as juntas. A sensibilidade radiográfica permitiu detectar defeitos não previstos na junta 1, como descolamento manta-duto e trinca. Além disso, foi capaz de detectar aqueles já previstos na junta 2. No caso das delaminações, um padrão radiográfico ficou aparente em algumas posições. Outras medições serão feitas no intuito de verificar a detecção deste tipo de defeito.

É necessário refinar as medições para que um levantamento quantitativo dos defeitos possa ser realizado. A melhoria na calibração do detector *Flat Panel* ou a redução do passo angular podem contribuir para a redução do ruído nas radiografias. Entretanto, para uma aplicação em campo estima-se a redução do tempo (processo completo) com o aumento do passo angular.

Há uma certa resistência em se utilizar radiografia para inspeção em campo, devido a questionamentos em relação aos Fundamentos em Segurança, Meio Ambiente e Saúde (SMS). Todavia, a Radiografia Direta oferece tempos de aquisição equivalentes a segundos ou a poucos minutos, dependendo da aplicação. Esse fator torna-se favorável para trabalhos em campo, pois além de otimizar o tempo de inspeção, reduz a necessidade de grandes raios de isolamento.

Estudos complementares serão realizados no intuito de contribuir para a melhoria dos procedimentos descritos. É importante destacar que ainda não existem Indicadores de Qualidade de Imagem (IQI) para materiais compósitos. Por este motivo, é importante a busca de um padrão radiográfico para os defeitos já conhecidos e outros que possam existir.

Agradecimentos

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro e bolsas de estudo concedidas para este estudo (Processo 140937/2015-3)

REFERÊNCIAS


- 1 Neto FL, Pardini LC. Compósitos estruturais: ciência e tecnologia. São Paulo: Blucher, 2016.
- 2 Markovičová L, Zatkalíková V. Composite materials based on pa reinforced glass fibers. *Materials Today: Proceedings*. 2016; 3(4): 1056-1059.
- 3 Tan KT, Watanabe N, Iwahori Y. X-ray radiography and micro-computed tomography examination of damage characteristics in stitched composites subjected to impact loading. *Composites: Part B*. 2011; 42: 874-884.
- 4 Rique AM, Machado AC, Oliveira DF, Lopes RT, Lima I. X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 2015; 349: 184-191.
- 5 Gholizadeh S. A review of non-destructive testing methods of composite materials. *Procedia Structural Integrity* 1. 2016; 050-057.

- 6 Lança L, Silva A. Digital radiography detectors e A technical overview: Part 1. *Radiography*. 2009; 15: 58-62.
- 7 Moreira EV, Rabello JM, Pereira MS, Lopes RT, Zacherpel U. Digital Radiography Using Digital Detector Arrays Fulfills Critical Applications for Offshore Pipelines. *EURASIP Journal on Advances in Signal Processing*. 2010; article number 894643.
- 8 ASTM E 2597, *Standard Practice for Manufacturing Characterization of Digital Detector Arrays*, 2007.
- 9 Azeredo SR, Oliveira DF, Gomes CS, Ferreira CG, Lopes RT. Otimização de dose em Radiografia Digital com DDA em juntas soldadas. In: 13ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos; 2015; Recife, Brazil.

ANEXO II

Artigo aceito e publicado online em: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2018.08.113>.


ARTICLE IN PRESS
Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A



Contents lists available at ScienceDirect

Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A

journal homepage: www.elsevier.com/locate/nima



Non-destructive inspection of laminated pipe joints in polymeric composite material reinforced by fiberglass

C.G. Ferreira^{a,*}, R.T. Lopes^a, T.M.P. dos Santos^a, D.F. Oliveira^a, F.D.F. Martins^b, G.R. Pereira^c

^a Nuclear Instrumentation Laboratory, Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ) and COPPE, Rio de Janeiro, RJ21941-972, Brazil
^b Paraíba Research Center (CENPES), Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brazil
^c Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Polytechnic School and COPPE, Rio de Janeiro, RJ21941-972, Brazil

ARTICLE INFO

Keywords
Microtomography
Radiography
Laminated joints
Fiberglass

ABSTRACT

The objective of the present study is to apply digital radiography (DR) and computed microtomography (microCT) techniques to the inspection of laminated pipe joints in polymeric composite material reinforced by fiberglass. The study comprises a structural assessment, defect characterization and void distribution of each sample. Non-destructive X-ray testing is increasingly present in composite material analyses and has advantages over other laboratory techniques since it is non-invasive and allows for the 2D/3D visualization of the inner structures without previous preparation. The results showed that the techniques detected the defects inserted. The digital radiography made an extension defect measurement possible. The microCT volumetrically quantified these defects as well as the reinforcement and matrix layers.

Contents

1. Introduction	1
2. Methodology	1
3. Results and discussion	2
3.1. Digital radiography	2
3.2. Computed microtomography	3
4. Conclusions	4
Acknowledgements	4
References	4

1. Introduction

With the increasing use of composite materials in the oil and gas industry, especially glass fiber reinforced polymer (GFRP) pipes, it is necessary to use inspection techniques capable of detecting defects that could compromise the structural performance of these materials [1].

Composites are structures or components made from the combination, generally at a macroscopic level, of two or more phases that have different morphologies [2–4]. Polymer composites are easy to manufacture, reducing their relative cost [5]. However, when manually cast (hand lay-up laminating), they may present with defects that are typical of this process. A determinant factor in the performance of a composite is the volumetric fraction of fibers (V_f), the matrix (V_m) and the voids (V_v) [6]. These parameters are used to quantify the percent volume of each component (fibers, matrix and voids, respectively) relative to the total volume of the composite. The values of V_f and V_m

in any type of composite are determined by the manufacturing process adopted and can be controlled within certain limits.

Currently, several non-destructive tests (NDT) are used to inspect the laminated joints [7–9]. Due to its versatility, digital radiography inspection is commonly used in the field for 2D measurements [10]. Radiography has a significant advantage over many other NDT methods, as it does not require surface preparation. In addition, it is less sensitive to the external deposits naturally grown on the pipe surface compared with other inspection techniques. Radiography requires the incidence and penetration of radiation energy over and through an inspected material that is absorbed homogeneously by the material, except in regions where thickness, density or defect variations can arise. The radiation that passes through the material collides with an image in a detection medium, revealing the defects [11]. MicroCT is required for the volumetric analysis of internal structures. It is a method of forming

* Corresponding author.
E-mail address: cintia_gf@lin.ufrj.br (C.G. Ferreira).

<https://doi.org/10.1016/j.nima.2018.08.113>
Received 27 July 2018; Accepted 28 August 2018
Available online xxxx
0168-9002/© 2018 Elsevier B.V. All rights reserved.

Please cite this article in press as: C.G. Ferreira, et al., Non-destructive inspection of laminated pipe joints in polymeric composite material reinforced by fiberglass, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A (2018), <https://doi.org/10.1016/j.nima.2018.08.113>.

94



Fig. 1. Samples used in this study. From 1 to 4, Joints 1, 2, 3 and 4, respectively.

Table 1
Acetate tapes inserted into Joints 2 and 3.

Joint 2			Joint 3		
Number	Shape	Length (mm)	Number	Shape	Length (mm)
1		80	1		8
2		80	2	Rectangular	8
3	Rectangular	49	3		8
4		66	4		1.6
5		75	5	Square	1.6
6		67			

reliable three-dimensional (3D) representations of an object by taking multiple X-ray images around an axis of rotation and using algorithms to reconstruct a 3D model [12,13]. Both techniques were applied in this study with the objective of detecting voids, delamination or debonding.

2. Methodology

Four GFRP laminated Joints with nominal diameters of 4 and 6 inches were inspected. According to the descriptions provided, Joints 1 (4 inches) and 4 (6 inches) did not have defects inserted purposefully. Joints 2 (4 inches) and 3 (6 inches) had defects inserted purposefully during the manual moulding process. Defective samples were inserted into rectangular and square acetate strips to simulate delamination and debonding. Fig. 1 shows the GFRP samples and Table 1 describes the dimensions of the acetate tapes inserted into Joints 2 and 3.

The samples were inspected using two techniques: DR and microCT. For the radiographs, a system containing an X-ray tube with a 1 mm focal spot and maximum power of 1000W and an a-Si Flat Panel detector (GE) with a pixel size of 200 μm were used. The image acquisition parameters were a voltage of 70 kV, a current of 5.0 mA and a time of 1 s. Five frames were averaged for each image to obtain a good signal to noise ratio. The source to sample distance was 940 mm, and the source to detector distance was 1200 mm. Radiographs were analysed using ISee! Software [14].

For the microCTs, the system used a V|tome|x, GE. The microfocus X-ray tube operated at 80 kV (4th) and 90 kV (6th) and 500 μA current. Five frames were averaged for each image projection. The sample rotated at 0.5 $^\circ$ steps through a rotation angle of 360 $^\circ$ that generated 720 images in 17 min. The pixel size was 116 μm and 131 μm for the 4- and 6-inch nominal diameter samples, respectively. The microCT images were analysed with the CTAn [15] and CTvox [16] Software and segmented using the global method. The volumes of matrix, reinforcement and defects were quantified using different thresholds (TH).

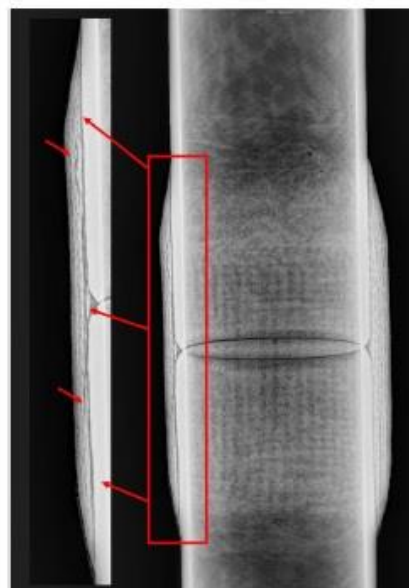


Fig. 2. Pipe/laminate debonding at Joint 1.

3. Results and discussion

3.1. Digital radiography

One of the capabilities of digital radiography is to offer a two-dimensional familiar visual image of the inspected sample, with the advantage of observing its internal structure. Disregarding small details (which are best observed by a trained professional), one can visualize the basic elements, in this case, of the laminated Joints: the joining of the pipes and the laminated layer, which is the object of this study. From a more careful analysis, other data, such as defects, can be extracted.

Joint 1 was expected to provide an ideal laminate joint pattern since no defect was intentionally inserted. However, what we observed through radiography was the defective behaviour of the pipe/laminate debonding and delamination traces in the more internal layers. The pipe/laminate debonding was approximately 230 mm long (Fig. 2), and the delamination was 33 mm and 27 mm.

For Joint 2, only the detection of the 6 acetate strips intentionally inserted was expected. However, in addition to these 6 defects, isolated and grouped voids (Fig. 3) were detected with a 231 and 242 mm long pipe/laminate debonding (Fig. 4).

The voids may have been caused by passing the resin impregnated roller onto the reinforcing layer during manual moulding. Although the roller movements are used to reduce voids, they are not enough to prevent this type of occurrence. In Joint 3, as expected, all the delaminations were visualized, including a pipe/laminate debonding of 87.1 mm (Fig. 5) and air bubbles of considerable sizes. The air bubbles represent a coarse application of resin between the reinforcing layers. Joint 4 did not present any defects that could be visualized through this technique. This result was expected since no deliberate defects were inserted. Table 2 presents the results for Joints 2 and 3, comparing the dimensions of inserted defects with those found by the digital radiography technique.

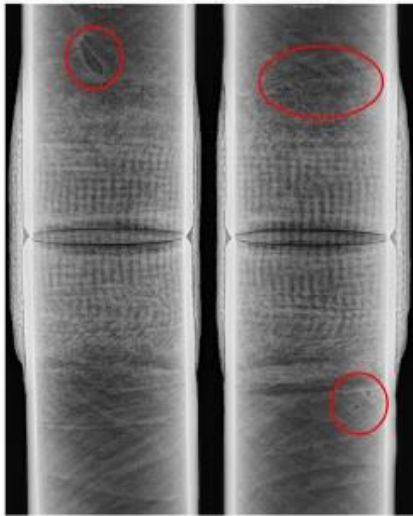


Fig. 3. Voids observed at Joint 2.

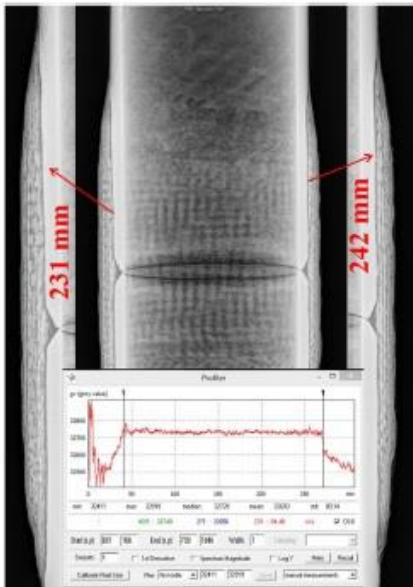


Fig. 4. Pipe/laminate debonding at Joint 2.

3.2. Computed microtomography

The pipe/laminate debonding, the voids and bubbles, and the delamination created a gap between the layers. Thus, during binarization,

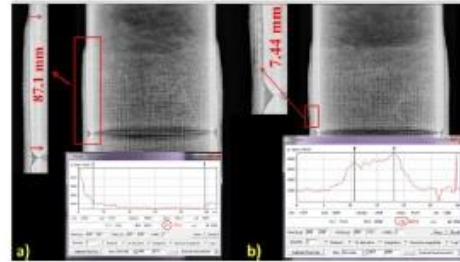


Fig. 5. Joint 3: (a) pipe/laminate debonding, (b) delamination.

Table 2
DR results for Joints 2 and 3.

Joint 2			Joint 3		
Number	Original length (mm)	Detected length (mm)	Number	Original length (mm)	Detected length (mm)
1	80	65.8	1	8	8.9
2	80	77.3	2	8	7.5
3	49	59.6	3	8	7.4
4	66	65.2	4	1.6	1.9
5	75	81.4	5	1.6	2.3
6	67	78.3			

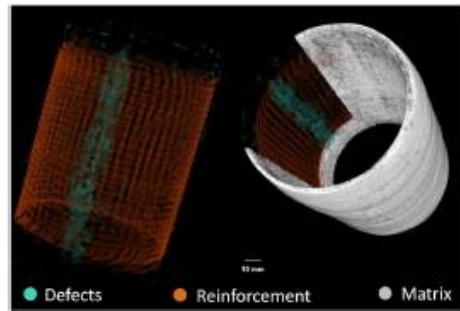


Fig. 6. Joint 1: laminated region containing the defect (blue), reinforcement (orange) and resin (grey).

these defects were presented with equivalent grey levels (black). For this reason, in this study, the analyses consider the total volume of the defects in relation to the total volume of analysed material, without quantitatively distinguishing each defect.

At Joint 1, a large defective strip can be viewed on the 3D images (Fig. 6). The total volume of the defects was 0.27% in relation to the total volume (matrix + reinforcement + defects) analysed.

In isolation, this percentage is in agreement with a defect-free sample (<1%). If the percentage of matrix (92.5%) and reinforcement (6%) was verified, we noticed that some information was lost. This finding can be justified using mathematical operations during the binarization process. For example, the plugin despeckle serves to exclude small regions that were improperly binarized (noises). This result was true for all samples. However, it does not invalidate the procedure since the definition of the region of interest (ROI) and therefore the Volume-of-Interest Analysis (VOI) are determined by the operator at the time of analysis. The laminated Joints are made of layers impregnated with matrix and reinforcement, making it difficult to binarize the phases.

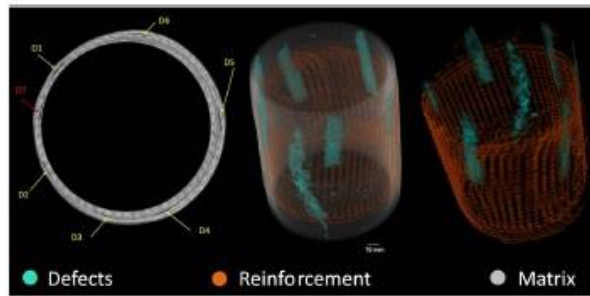


Fig. 7. Transaxial cut of Joint 2. The yellow arrows highlight the 6 defects, and the red arrow highlights 1 defect not perceived. The 3D images highlight the phases. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

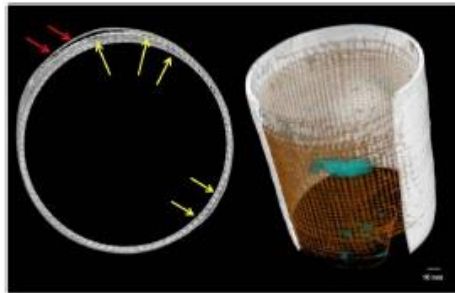


Fig. 8. Joint 3: transaxial cut. Yellow arrows indicate delaminations, and red arrows indicate air bubbles. The 3D image. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

Table 3
Summary of microCT results.

Sample	Total volume (mm ³)	Matrix (%)	Reinforcement (%)	Defects (%)
Joint 1	6.22×10^6	92.50	6.00	0.27
Joint 2	4.86×10^6	92.60	5.33	0.60
Joint 3	9.05×10^6	89.53	7.61	0.55
Joint 4	9.54×10^6	91.90	5.32	0.11

At Joint 2, six delamination defects were well defined. In addition, an unplanned defect was identified, contributing to the total defect count (Fig. 7).

Joint 3 presented with a percentage of defects close to that of Joint 2, demonstrating that the detectability is consistent with the information provided by the sample supplier (Fig. 8).

In the image, it can be observed that the pattern formed by Joint 3 defects is flatter than that of Joint 2. This finding is justified because the acetate strips are shorter and have a different shape. In Joint 4, the presence of defects (Fig. 9) that were not visualized in the radiography was observed. The detected value is well below the value of Joint 1 (also considered without defects). All phases were distinguished, and their results are summarized in Table 3.

4. Conclusions

The defects were checked by DR, and microCT was used to quantitatively analyse the data. We achieved significant results with the quantification of the resin volumes (matrix), reinforcement and defects.



Fig. 9. Joint 4: 3D image demonstrating a small defect region in blue. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

From the radiographs, it was possible to observe the union of the pipes and the laminated layer. In both techniques, defects inserted by the manufacturer and other unforeseen defects were detected. Defects were detected in two Joints that were not intentionally inserted. MicroCT was used to obtain a medium percentage of the total analysed reinforcement volume (VOI), of approximately 6.1%, a matrix volumetric medium percentage of approximately 91.6% and a defect percentage less than 1% for all samples. The percentage of defects was within the range considered acceptable, according to the literature. The study may contribute to these considerations; since the defect percentage was less than 1%, they have the potential to cause serious damage to the rolled Joints. Variations in the choice of TH and the use of mathematical operations to improve binarization contributed to the loss of information. However, this fact did not compromise the analysis of results.

Radiography is a relatively low-cost technique compared to microCT. The choice of technique is related to the desired goal.

Acknowledgements

The authors would like to thank Petrobras S.A., and CNPq, Brazil for the financial support.

Conflicts of interest

The authors declare no conflicts of interest.

References

- [1] E.S. Rodrigues, V.A. Alvarez, P.E. Montemartini, Failure analysis of a GFRP pipe for oil transport, *Eng. Fail. Anal.* 28 (2013) 16–24.
- [2] W.A.D. Wan Dalina, S.H.Tan,M. Mariam, Properties of fiberglass/MWCNT buckypaper/Epoxy laminated composites, in: 5th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment (RAMM) & 2nd International Postgraduate Conference on Materials, Mineral and Polymer (MAMP), 4–6 August 2015.
- [3] L.C. Hollaway, A review of the present and future utilization of FRP composites in the civil infrastructure with reference to their important in-service properties, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 2419–2445.
- [4] M.R. Sanjay, G.R. Arpitha, B. Yogesha, Study on mechanical properties of natural-glass fiber reinforced polymer hybrid composites: A review, in: 4th International Conference on Materials Processing and Characterization, *Materials Today: Proceedings*, Vol. 2, 2015, pp. 2959–2967.
- [5] N. Gökdeniz, Polymer based composites in Marine use: History and future trends, in: 10th International Conference on Marine Technology, MARTEC 2016.
- [6] F.L. Neto, L.C. Pardini, *Structural Composites: Science and Technology*, second ed., Blucher, São Paulo, 2016, (in Portuguese).
- [7] S. Ghobadati, A review of non-destructive testing methods of composite materials, in: XV Portuguese Conference on Fracture, PCF 2016, 10–12, Paço de Arcos, Portugal, February 2016.
- [8] M.E. Ibrahim, Nondestructive evaluation of thick-section composites and sandwich structures: A review, *Composites A* 64 (2014) 36–48.
- [9] A.M. Rique, A.C. Machado, D.F. Oliveira, et al., X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.* 349 (2015) 184–191.
- [10] Misty I. Häthl, Uwe Ewert, Stefan Hohendorf, et al., Radiographic modelling for NDE of subsea pipelines, *NDT & E Int.* 86 (2017) 113–122.
- [11] K.T. Tan, N. Watanabe, Y. Iwabori, X-ray radiography and micro-computed tomography examination of damage characteristics in stitched composites subjected to impact loading, *Composites: Part B* 42 (2011) 874–884.
- [12] Paul.J. Schilling, Ramanprakash R. Kamda, Arun K. Taripathi, Mdofy, et al., X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites, *Compos. Sci. Technol.* 65 (2005) 2071–2078.
- [13] Eric N. Landis, Denis T. Kozak, X-ray microtomography, *Mater. charact.* 61 (2010) 1305–1316.
- [14] Esel! Software, available at <http://www.uscherpe.de/BAM/iz/index.html> (accessed on 17.07.18).
- [15] CTAn software, available at <http://brakes-microct.com/products/ctan.htm> (accessed on 17.07.18).
- [16] CTvox software, available at <http://brakes-microct.com/products/ctvox.htm> (accessed on 17.07.18).

ANEXO III

Artigo publicado em 11/01/2019 ao periódico: E-Journal of Nondestructive Testing and Ultrasonics. Vol.24 No.03 - ISSN 1435-4934

9th Conference on Industrial Computed Tomography, Padova, Italy (iCT 2019)

Morphological study of defects in laminated joints of composite materials using microCT

Cintia Guimarães Ferreira^{1,2}, Ricardo Tadeu Lopes¹, Davi Ferreira Oliveira¹, Thais Maria Pires do Santos¹, Olga Maria Oliveira Araújo¹, Fabiana Dias Fonseca Martins², Gabriela Ribeiro Pereira³

¹ Nuclear Engineering Program, Nuclear Instrumentation Laboratory, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brazil.

² Petrobras Research Center (CENPES), Rio de Janeiro, RJ 21040-000, Brazil

³ Laboratory of Nondestructive Testing, Corrosion and Welding (LNDC), Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Polytechnic School and COPPE, Rio de Janeiro, RJ 21941-596, Brazil.

* corresponding author - cintia_gf@lin.ufrj.br

Abstract

Computed microtomography (microCT) has been used to inspect composite materials of the most varied types. From a volumetric analysis it is possible to characterize the phases (matrix and reinforcement) present in the materials, as well as to determine the percentage of defects that may exist. In laminated joints of pipe in polymeric composite material reinforced by fiberglass, delaminations and voids have been observed that may compromise the strength of these materials. A basic analysis with microCT allows to verify the presence of these occurrences, but to differentiate them a more accurate analysis is necessary. The objective of this study was to analyze computed microtomography of laminated composites. The results quantitative of the matrix and reinforcement were provided and a study of the sphericity of the defects was performed. The results demonstrated that more spherical defects tend to be small voids, whereas less spherical defects correspond to delaminations.

Keywords: Microtomography; Laminated Joint; Fiberglass.

1 Introduction

In order to reduce the exposure of steel pipes to corrosive environments, among others, the use of composite materials in the oil and gas industries has grown. Composite materials have good corrosion resistance, high strength in oriented directions and low weight [1, 2]. However, composite materials reinforced by fiber may exhibit critical defects, such as voids (porosities) and delaminations [3]. In particular, laminated joints of polymer composites may exhibit non-conformities due to manual processing [4].

Non-Destructive Testing (NDT) techniques are constantly advancing and offer the possibility of inspection during the manufacturing, construction, assembly, operation and maintenance phases. Several methods of NDT can be used for inspection of composite materials, such as ultrasonic tests, thermography, penetrating liquids, radiographs, tomography and microtomography, among others. The choice of technique to be used will depend on the objective to be analyzed [5-8].

Computed microtomography (microCT) can be used to reconstruct interior structural details of various materials with an interesting scale resolution for evaluation [9]. In terms of composites it is possible to obtain quantitative information about matrix and reinforcement and possible defects. The identification of nonconformities or defects is of extreme importance to ensure the quality of design admissible [10]. However, the information on the percentage of defects, alone, becomes insufficient. It is necessary to identify the types of defects (voids, delaminations or debonding) that could compromise the composite in question structurally. Dalen & Koster [11] performed microtomography analyzes and compared 2D and 3D methods to determine particle size of aerated emulsions. Plessis et al [12] analyzed the porosity of concrete inspected by computed tomography. Rique et al [13] inspected fiberglass-reinforced composites using Digital Radiography (DR) and microCT techniques to determine lack of adhesive and lack of adhesion. This work aims to analyze microCT images, performed in another study [14], of laminated pipe joints in polymeric composite material reinforced by fiberglass (GFRP) to determine the types of defects present in the samples.

2 Method

The images were obtained using a microCT system Vtomeix (GE). The details of the acquisitions of the images and the reconstructions can be found in a separate article. Important data for the understanding of this study will be described below.

Four laminated joints (GFRP) with nominal diameters of 4 and 6 inches were inspected. According to the manufacturer, Joints 1 and 3 were free from defects and Joints 2 and 4 contained voids, delaminations and debonding of various sizes. The microtomographies were analyzed using the CTAn [15] software and segmented by the global method. The volumetric percentages of the defects were provided in a previous study and are summarized in table 1.

More info about this article: <http://www.ndt.net/?id=23644>



Table 1. MicroCT information of the samples.

Sample	Total Volume (mm ³)	Defects (%)
Joint 1	6.22x10 ⁵	0.27
Joint 2	4.86x10 ⁵	0.60
Joint 3	9.05x10 ⁵	0.55
Joint 4	9.54x10 ⁵	0.11

During the binarization process of the microCT images, the existing defects have an equivalent gray level. Therefore, with a basic analysis it becomes difficult to differentiate a delamination from a void. For this reason, we use 3D structural analysis tools within the CTAn itself. In this way it is possible to observe the equivalent diameter as a function of the thicknesses. To reinforce the results, the sphericity ($\pi^3 (6V)^{2/3} / A$) of the defects was calculated through the Label Analysis tool of Avizo Fire [16] software. 3D images were made from CTVox [17] software.

3 Results

It can be observed in Figure 1 the relative volume of defects as a function of thickness (St.Th) for each case studied. A common fact among the four samples is that for the greater thicknesses a lower percentage of defects is found. For the Joint 1 half of the defects have a thickness less than 0.35 mm. For Joint 2 approximately half of the defects are below 0.60 mm. The Joint 3 had a greater distribution between the thicknesses, reaching the greater quantities below 1.2 mm of thickness. The Joint 4 obtained half the volume of defects at a thickness of not more than 0.66 mm. Considering that Joints 1 and 4, according to the manufacturer's information, were not defective, microCT was still able to identify faults.

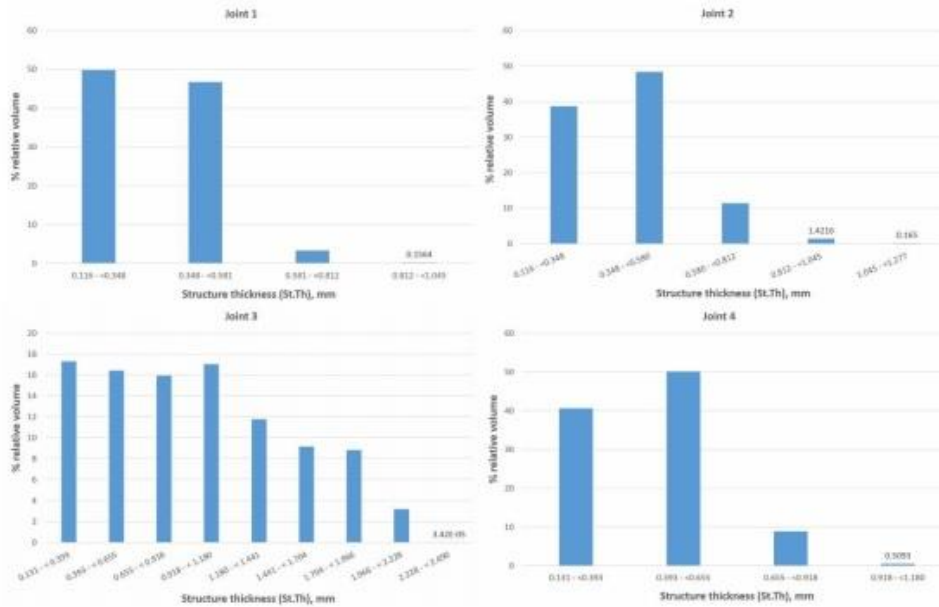


Figure 1: Structure thickness (St.Th) distribution of the Joints.

The data observed above can be better understood when we see, in Figure 2, the images of the defects and their respective scales. The graphs associated with the images give us an indication that the defects considered more serious, such as delamination or debonding, although in greater quantity, have a small thickness. However, the voids were thicker. Each image has its own color scale that corresponds to a thickness of the defective structure. Visually one can observe the characteristic in strip that a delamination or debonding present. This type of defect creates an empty space between the laminated layers. Already the voids configure a spherical geometry, with greater thickness.

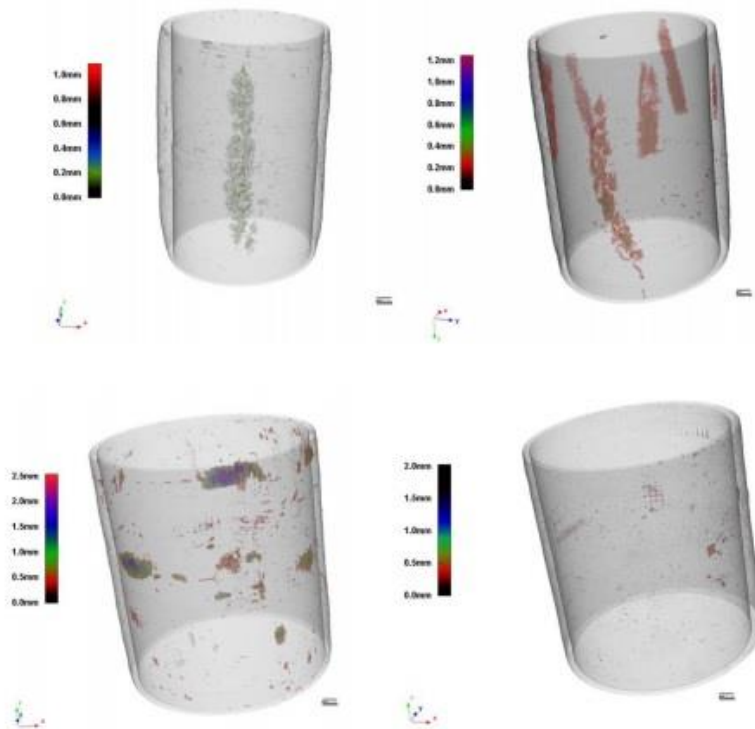


Figure 2: 3D images of defects found in joints.

One of the factors of great importance to be considered in determining the size of structures is what dimension of this structure is being measured. For spheres only, the size of a particle can be represented by its diameter. For structures with irregular shapes, other measurements are necessary to quantify their size. Since sphericity is a measure of how spherical an object is, a value equal to 1 represents a sphere. In this way, we can observe in Figure 3 that Joint 1 has ellipsoidal voids and other irregular defects that justify the large band seen in the reconstructed image. Let us consider irregular defects to be delamination or debonding. Joints 2 and 3 have spherical voids and many irregular defects. In relation to the Joint 4, a great concentration of ellipsoidal voids is observed.

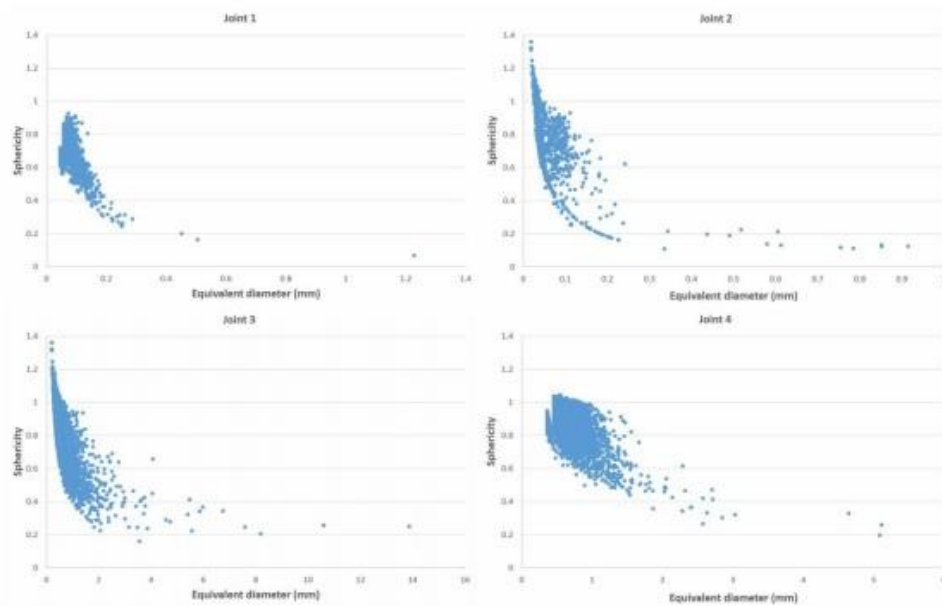


Figure 3: Sphericity of defects in Joints as function of the equivalent diameter obtained by label analysis using Avizo Fire.

Conclusions

MicroCT presents very promising results in the NDT field. In particular, for inspection of composite materials due to the heterogeneous characteristics of the materials. In this study we used other 3D evaluation tools provided by the image analysis software. Although the characteristics of the defects in laminated samples are known, it is imperative that these defects are correctly identified in the tomographic images. The results express the significant presence of ellipsoidal voids distributed throughout the sample and clustered bands of delamination or debonding defects.

Acknowledgements

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001. The authors also would like to thank to CNPq and FAPERJ for the financial support and Petrobras for technical and financial assistance for the development of this study.

References

- [1] International Standard Organization, ISO 14692 - Petroleum And Natural Gas Industries – Glass-reinforced Plastics (GRP) Piping – Part 4: Fabrication, Installation and Operation, 2006.
- [2] Price J. C., The State of the Art In Composite Material Development And Applications For The Oil And Gas Industry, Proceedings of The Twelfth (2002) 26–31.
- [3] R. D. Adams, P. Cawley, Defects types and non-destructive testing techniques for composites and bonded joints, Construction & Building Materials, 3 (1989) 170-183.
- [4] G. Belingardi, E. G. Koricho, A. T. Beyene, Characterization and damage analysis of notched cross-ply and angle-ply fabric GFRP composite material, Composite Structures 102 (2013) 237-249.

- [5] R. D. Adams, P. Cawley, A review of defects types and nondestructive testing techniques for composites and bonded joints, *NDT Internacional*, 21 (1988) 208-222.
- [6] S. Gholizadeh, A review of non-destructive testing methods of composite materials, *Procedia Structural Integrity*, 1 (2016) 050-057.
- [7] A. Khomenko, O. Karpenko, E. G. Koricho, M. Haq, G. L. Cloud, L. Udpa, Quantitative comparasion of optical transmission scanning with conventional techniques for NDE of impact damage in GFRP, *Composites Part B*, 123 (2017) 92-104.
- [8] A. Khomenko, O. Karpenko, E. G. Koricho, M. Haq, G. L. Cloud, L. Udpa, Theory and validation of optical transmission scanning for quantitative NDE of impact damage in GFRP composites, *Composites Part B*, 107 (2016) 182-191.
- [9] E. N. Landis, D. T. Keane, X-ray microtomography, *Materials Characterization*, 61 (2010) 1305-1316.
- [10] F. Ascione, L. Feo, F. Maceri, An experimental investigation on the bearing failure load of glass fibre/epoxy laminates, *Composites: Part B*, 40 (2009) 197-205.
- [11] G. Dalen, M. Koster, 2D & 3D particle size analysis of micro-CT images, *Unilever Res Dev Netherlands* (2012).
- [12] A. D. Plessis, B. J. Olawuyi, W. P. Boshoff, S. G. L. Roux, Simple and fast porosity analysis of concrete using X-ray computed tomography, *Materials and Structures*, Published online: 31 December 2014.
- [13] A. M. R. da Silva, A. C. Machado, D. F. Oliveira, et al., X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, v. 349 (2015), pp. 184-191.
- [14] C. G. Ferreira, R. T. Lopes, T. M. P. dos Santos, D. F. Oliveira, F. D. F. Martins, G. R. Pereira, Non-destructive inspection of laminated pipe joints in polymeric composite material reinforced by fiberglass, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, Available online 31 August 2018.
- [15] Bruker Corporate, MicroCT Softwares. <http://bruker-microct.com/products/catan.htm>, 2018 (accessed 17 July 2018).
- [16] FEI Visualization Sciences Group, Electron Microscopy Solutions. <https://www.fei.com/software/avizo-for-materials-science/>, 2018 (accessed 22 August 2018).
- [17] Bruker Corporate, MicroCT Softwares. <http://bruker-microct.com/products/ctvox.htm>, 2018 (accessed 17 July 2018).

ANEXO IV

Artigo submetido em 06/12/2018 e aceito em 22/01/2019 ao periódico: Materials Evaluation (M.E.).

Digital radiographic assay of laminated joints of polymeric material reinforced by glass fiber

Cintia Guimarães Ferreira ^{a, *}, Davi Ferreira de Oliveira ^a, Ricardo Tadeu Lopes ^a, Fabiana Dias Fonseca Martins ^b, Gabriela Ribeiro Pereira ^{c, d}

^aNuclear Engineering Program, Nuclear Instrumentation Laboratory, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brazil, cintia_gf@lin.ufrj.br.

^bPetrobras Research Center (CENPES), Rio de Janeiro, RJ 21040-000, Brazil.

^c Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Polytechnic School and COPPE, Rio de Janeiro, RJ 21941-972, Brazil.

^d Laboratory of Nondestructive Testing, Corrosion and Welding (LNDC), Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Polytechnic School and COPPE, Rio de Janeiro, RJ 21941-596, Brazil.

* corresponding author: cintia_gf@lin.ufrj.br

Abstract

The use of composite materials made possible technological advances in biomedical and industrial areas. Polymeric matrices reinforced by Glass Fiber are the most common ones among the composite materials used for pipe manufacturing. However, they may present intrinsic issues due to important factors, such as non-uniformity and non-conformities related to reinforcement and matrix. Visual inspections identify the characteristic fiber distortion defect, surface bubbles, and dry areas of impregnation. To detect porosity, cracking or delamination other methods are required. This study presents the technique of Digital Radiography (DR) for the inspection of composite materials. An amorphous silicon (a-Si) type Flat Panel detector, a constant potential X-ray source, and an Arduino-controlled rotation table were used. Radiographs of two laminated joints of 4-inch Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP) pipes were performed. As a result, delamination, debonding, cracking and porosity defects were detected, which could not be detected visually.

Keywords: Digital Radiography; Composite materials; Fiberglass; Laminated Joints.

1. Introduction

The increasing use of composite materials in aerospace, biomedical and automotive applications, among others, requires, in the same proportion, the search for technical information and a deeper understanding of the subject [1-2]. Combinations of two or more different materials result in a component of unique physical, chemical and mechanical characteristics, with advantages of each sub-component [3].

A study showed that glass fiber is the most dominant material in the reinforcement segment due to the superior properties such as high strength to weight ratio, corrosion

ANEXO V

Artigo submetido em 14/12/2018 ao periódico: Radiation Physics and Chemistry.
Aguardando avaliação.

MicroCT of laminated joints of pipes made of polymeric composite material reinforced by fiberglass

C. G. Ferreira^(1,*), D. F. Oliveira⁽¹⁾, T. M. P. Santos⁽¹⁾, O. M. O. Aratijo⁽¹⁾, F. D.
F. Martins⁽²⁾, R. T. Lopes⁽¹⁾, and G. R. Pereira⁽³⁾

(1) Nuclear Engineering Program, Nuclear Instrumentation Laboratory, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brazil;

(2) Petrobras Research Center (CENPES), Rio de Janeiro, RJ 21046-000, Brazil;

*(3) Laboratory of Nondestructive Testing, Corrosion and Welding (LNDX), Department of Metallurgical and
Materials Engineering, Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Polytechnic School and COPPE, Rio de
Janeiro, RJ 21941-596, Brazil.*

**corresponding author - cintia_gf@lnl.ufrj.br*

Abstract

Combinations of different materials are known as composite materials. As there are several types of composites, there are several Non-Destructive Testing techniques to inspect them, each with its own characteristics. In this context, the Computed Microtomography is a powerful tool used for the volumetric analysis of internal structures or to generate images in three dimensions (3D). The purpose of this study is to provide a methodology for the analysis of joints of polymer composite tubes. For this, the matrix volumes, reinforcement and defects of some samples were checked.

Keywords: MicroCT, Laminated Joints, 3D Analysis.

1. Introduction

The simplest definition of composite materials establishes this type of material as the mixture of two or more components, or distinct phases (Kumre et al. 2017). The processing of composites is called molding. To process a composite is to impregnate the reinforcement with a given matrix, so that, at the end of the process, the solid component with well defined geometry is practically in a position to be used (Fleischer et al. 2018). Caution during processing increases the quality of the composite causing subsequent repairs (machining or thinning) to be minimally required. Composite processing methods depend on several factors (Hashim, 1998).

The simplicity of Hand Lay-up molding involves no investment in process equipment for manufacturing. This process is accomplished by arranging and stacking the reinforcement, in the form of bidirectional blankets and / or fabrics, in predetermined orientations, on the mold. The process begins by treating the surface of the mold by applying a release agent to remove the part after curing. Each impregnated reinforcing layer is impregnated with the preformed resin with suitable curing agent. The thickness of the shaped member is obtained by the number of overlapping layers. The curing is carried out at room temperature or in an oven, depending on the type of resin used or the need for curing. This type of processing, because it is