

# CARACTERIZAÇÃO DE DUTOS COMPÓSITOS POR MICROSCOPIA DIGITAL

Camilla Bacellar Mello <sup>(1)</sup>

Rafael Falasck <sup>(2)</sup>

José Roberto Moraes d'Almeida <sup>(3)</sup>

Marcos Henrique de Pinho Mauricio <sup>(4)</sup>

Sidnei Paciornik <sup>(5)</sup>

## Resumo

Tubos fabricados com material compósito de matriz polimérica reforçado por fibras de vidro foram caracterizados através de microscopia digital. Seções longitudinais e transversais dos tubos foram observadas em um microscópio óptico motorizado controlado por software, com captura digital de imagens. Mosaicos de imagens de baixa magnificação, cobrindo toda a superfície das amostras, foram gerados e utilizados para medidas abrangentes da fração de vazios e visualização da distribuição espacial das fibras. Os resultados foram então comparados com os de medidas digitais sobre imagens de maior magnificação mas com menor abrangência espacial. Uma metodologia de análise de imagens para distinção automática entre diferentes tipos de vazios foi desenvolvida. Os resultados indicam equivalência entre os dois tipos de métodos de análise. Frações de vazios médias entre 2 e 3% foram encontradas em todos os casos, indicando que o material utilizado tem qualidade similar às de compósitos para aplicações aeronáuticas.

**Palavras-chave:** Compósitos; Microscopia digital; Enrolamento filamentar.

## Characterization of Composite Pipes Through Digital Microscopy

### Abstract

Tubes made with a glass-fiber reinforced/polymer-matrix composite material were characterized through digital microscopy. Circumferential and axial sections of the tubes were observed in a software controlled motorized microscope with digital image acquisition. Image mosaics at low magnification, covering the full surface of the samples were obtained and provided complete evaluation of the void fraction as well as overall visualization of the fiber spatial distribution. The results were then compared with digital measurements of higher magnification images. An image analysis method for the automatic discrimination among different kinds of voids was also developed. The results show equivalence between the two employed methods. Average void fractions between 2 and 3% were determined in all cases, indicating that the employed material is similar in quality to composites used in aeronautic applications.

**Key-words:** Composites; Digital microscopy; Filament winding.

## I INTRODUÇÃO

Materiais compósitos de matriz polimérica vêm tendo um crescente emprego nos mais diversos campos da engenharia. Esta diversificação de uso se deve às inúmeras vantagens apresentadas por estes materiais, tais como: baixa densidade, elevadas resistência e rigidez específicas e facilidade de se produzir peças com inúmeros formatos.<sup>(1)</sup> Estas características, associadas com elevada resistência à corrosão, fazem com que tubos de

compósitos reforçados por fibras de vidro sejam tradicionalmente empregados em sistemas de distribuição de águas e coleta de esgoto.<sup>(2)</sup> Na última década as vantagens acima citadas levaram também a um crescente interesse da indústria de petróleo no uso destes compósitos, tanto para transporte de derivados e águas de serviço quanto em reparos de dutos metálicos.

Tubos em materiais compósitos são

<sup>(1)</sup> Bolsista de Iniciação Científica – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio.

<sup>(2)</sup> Bolsista de Iniciação Científica – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio.

<sup>(3)</sup> Professor – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio.

<sup>(4)</sup> Engenheiro – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio.

<sup>(5)</sup> Professor – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio.

fabricados pelo processo de enrolamento filantar (filament winding) que permite uma grande gama de orientações das fibras relativamente ao eixo dos tubos e, portanto, permite variar as propriedades do tubo, mesmo que se mantenham constantes as frações volumétricas da matriz e das fibras. Assim sendo, o completo entendimento do comportamento mecânico de tubos fabricados em compósitos requer uma análise detalhada da microestrutura do material.

Neste trabalho é apresentada uma das etapas do desenvolvimento de um método de análise digital de imagens para caracterizar a microestrutura de tubos de matriz poliéster reforçada por fibras de vidro. Numa primeira etapa, realizou-se um estudo sistemático da presença de vazios comparando medidas locais e globais. É possível, também, obter a fração volumétrica de fibras e da matriz, além de estimar o diâmetro das fibras, sua orientação em relação ao eixo do tubo e sua distribuição espacial ao longo da espessura do tubo.

## 2 EXPERIMENTAL

### Seleção e Preparação das Amostras

Neste trabalho foram usados tubos de resina poliéster (éster-vinílica) reforçada por fibras de vidro, com 200 mm de diâmetro e 7 mm de espessura. Estes foram fabricados por enrolamento filantar, tendo além das fibras contínuas dispostas circunferencialmente ao eixo do tubo, fibras picadas. Estes tubos, de fabricação nacional, são usados para transporte de águas de serviço em plataformas de produção de petróleo.

Para a caracterização microestrutural os tubos foram cortados em quatro quadrantes. Amostras com a espessura da parede do tubo foram retiradas das direções axial e circunferencial, conforme a Figura 1.

As amostras foram então lixadas e polidas até pasta de alumina de 0,5  $\mu\text{m}$ . Como as fibras de vidro e a matriz de poliéster são materiais translúcidos, a superfície plana obtida não apresenta bom contraste para a análise de imagens. Assim, foi feito um ataque químico das fibras de vidro com solução de ácido fluorídrico a 40%.<sup>(3)</sup> As fibras atacadas ficam escuras quando observadas em campo claro no microscópio óptico. Dependendo do tempo de exposição da

amostra ao ácido, pode-se atacar toda a superfície exposta das fibras de vidro ou apenas sua periferia, na região de contato entre fibra e matriz. Em geral, optou-se por um ataque mais curto (15s) para evitar a criação de grandes regiões escuras que poderiam ser confundidas com vazios.

### Microscopia Digital

As amostras foram observadas em um microscópio óptico Zeiss AxioPlan 2 ie, motorizado e controlado por software. As imagens foram capturadas com uma câmera digital AxioCam HR, com resolução de 1300 x 1030 pixels.

Este sistema permite o deslocamento x-y-z da amostra de forma programada. Assim é possível capturar uma seqüência de campos com qualquer distribuição espacial, com controle automático de foco.

Estes recursos foram utilizados para gerar dois tipos de imagens: mosaicos<sup>(4)</sup> em baixo aumento e campos individuais com maior aumento.

Os mosaicos foram formados pela concatenação de imagens em baixo aumento (lente objetiva de 5X) cobrindo toda a superfície da amostra. Nestas condições, a resolução espacial é de 2,10  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  e cada campo ocupa uma área de 2750 x 2180  $\mu\text{m}^2$ . Foram necessários 7 campos na direção x e 3 campos na direção y para cobrir toda a amostra, equivalendo a uma área total de aproximadamente 19,2 x 6,5  $\text{mm}^2$ . Estas 21 imagens concatenadas geram um arquivo de cerca de 27 Mbytes.

Desta forma, é possível obter medidas completas de cada amostra, dentro das limitações de resolução da lente de menor aumento. Este tipo de mosaico (também conhecido como super-campo) só é possível com um sistema de microscopia motorizado e controlado por computador.

As imagens de maior aumento (lente objetiva de 10X) tiveram como objetivo permitir medidas com melhor resolução espacial, mas com menor abrangência da superfície da amostra, seguindo as técnicas clássicas de amostragem. Em princípio, seria possível montar um mosaico com imagens de maior aumento. No entanto, o número de imagens no mosaico seria 4 vezes maior,

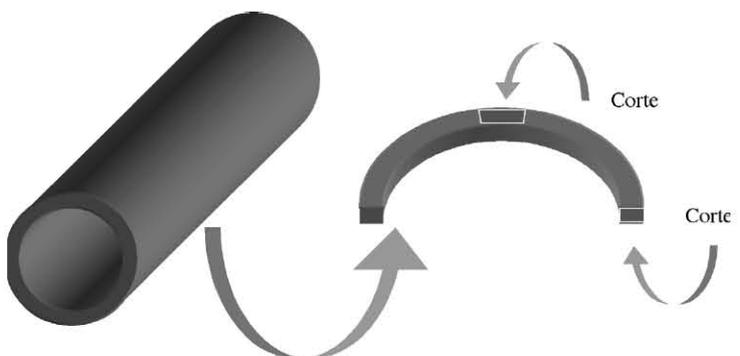


Figura 1. Representação esquemática dos quadrantes de corte feitos nos tubos de compósito.

correspondendo a um arquivo de mais de 100 Mbytes, que seria difícil de processar. Assim, foram capturadas 60 imagens, distribuídas ao longo da superfície da amostra. Cada uma destas imagens cobria uma área de  $1364 \times 1080 \mu\text{m}^2$ , com resolução espacial de  $1,05 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Processamento e Análise das Imagens de Mosaico

A Figura 2 mostra a imagem de mosaico de uma amostra na direção axial de um dos tubos. O retângulo branco maior limita um dos 21 campos que formavam o mosaico originalmente. Nesta figura, as bordas do mosaico, que continham regiões externas ao tubo (embutimento) foram eliminadas. A junção entre os campos é praticamente invisível graças a cuidados com as condições de iluminação da amostra e a uma calibração cuidadosa do deslocamento do porta-amostras em relação à orientação da câmera.

O mosaico oferece uma visão global da amostra. É possível identificar os vazios como regiões escuras aproximadamente circulares. Esta imagem também permite visualizar a organização das fibras gerada no processo de enrolamento filamentar.

As primeiras medidas da fração de área ocupada por vazios foram realizadas sobre imagens deste tipo. Apesar de, a primeira vista, os vazios parecerem facilmente discrimináveis, pequenas regiões danificadas pelo processo de preparação de amostras tinham contraste similar e contribuíam de forma espúria para os resultados. Estas regiões são praticamente invisíveis na Figura 2 porque a imagem foi comprimida e reduzida para a formatação do documento. No entanto, nas imagens originais, elas aparecem com maior clareza, especialmente sobre as fibras.

Assim, a rotina de processamento e análise de imagens desenvolvida buscou estabelecer critérios para distinguir os diversos tipos de regiões escuras nas imagens e efetivamente reconhecer os vazios relevantes. Além disso, buscou-se avaliar os erros cometidos na análise digital para poder estimar a confiabilidade das medidas.

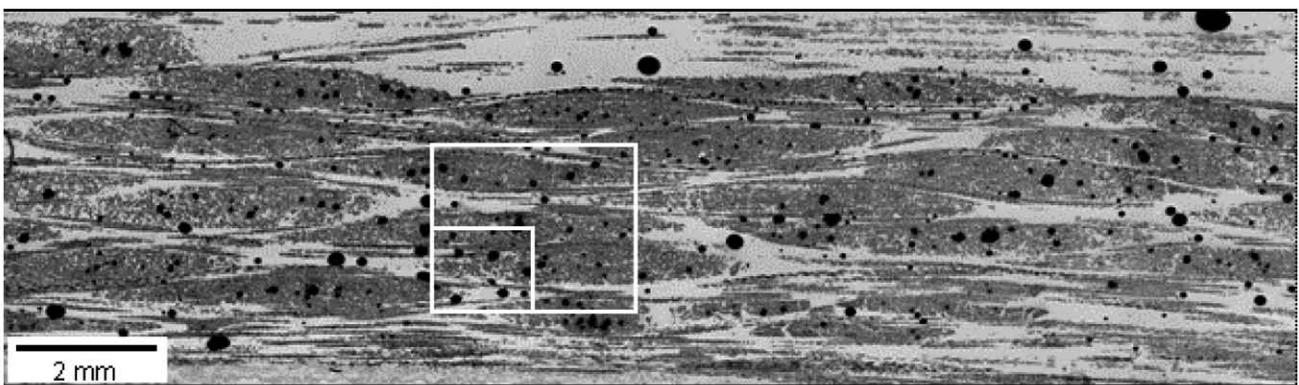


Figura 2. Imagem do mosaico cobrindo toda a área da amostra, em uma seção circunferencial. O retângulo branco maior corresponde a um dos campos usados na montagem do mosaico. O retângulo menor indica um dos campos capturados em aumento maior, mostrado na Figura 3.

Tabela 1. Fração de área de vazios em função do tamanho mínimo dos objetos considerados para duas seções de um tubo.

Tamanho Mínimo (pixels)	Fração de Área de Vazios (%)	
	Amostra	
	Circunferencial	Amostra Axial
10	2,59	2,83
20	2,45	2,47
30	2,38	2,30
40	2,34	2,21
50	2,30	2,16
60	2,28	2,12
70	2,26	2,09
80	2,24	2,07
90	2,23	2,05
100	2,21	2,03
Média	2,33	2,23
Desvio Padrão	0,12	0,25

Inicialmente as imagens dos mosaicos foram segmentadas utilizando um limiar de intensidade definido interativamente pelo operador.<sup>(5)</sup> Variando sistematicamente o valor do limiar foi possível estabelecer a intensidade 50 como ótima (na faixa de 0 a 255). Com este parâmetro, todos os vazios eram identificados mas uma quantidade indefinida de vazios espúrios também era incluída.

Em seguida, utilizou-se um critério de tamanho mínimo para um objeto ser considerado um vazio. Este critério é coerente com o fato de que, em sua maioria, os vazios “verdadeiros” são maiores do que os vazios advindos de defeitos da preparação. No entanto, aglomerados de fibras podem ter contraste e tamanho similar e gerar erros. O tamanho mínimo foi variado em uma grande faixa e a fração de área foi calculada para cada valor.

A Tabela 1 mostra estes resultados para as seções circunferencial e axial de um dos tubos

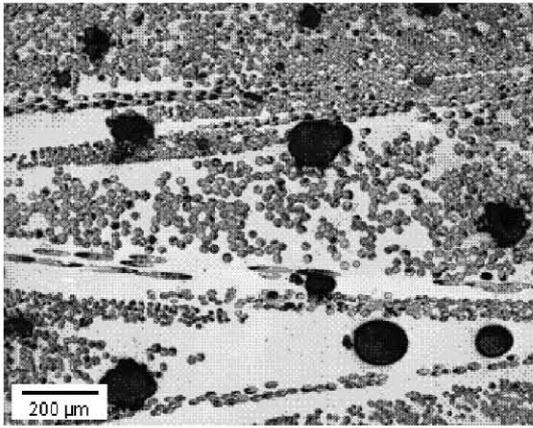


Figura 3. Um dos campos capturados com maior aumento. Corresponde ao retângulo branco menor da Figura 2.

analisados. Nota-se que os valores médios das frações de área para as duas seções é praticamente idêntico. Além disso, o desvio padrão é, no máximo, cerca de 11% do valor médio (amostra axial). Isto indica que o valor médio é uma medida razoavelmente acurada. Assim, é razoável propor que o tamanho mínimo 40 pixels, que gera os resultados de fração de área mais próximos à média para as duas amostras, seja utilizado como valor ótimo.

### Processamento e Análise das Imagens Individuais

Visando caracterizar com maior detalhe os diferentes tipos de vazios e avaliar a exatidão das medidas obtidas com as imagens do mosaico, foram então analisadas as imagens individuais com maior aumento. O retângulo branco menor desenhado sobre a imagem da Figura 2 mostra a região equivalente a um destes campos individuais. Este campo é apresentado na Figura 3.

Nesta imagem é possível perceber mais detalhes dos vazios. Os que se formaram em regiões da resina assumem uma forma aproximadamente elíptica e convexa. Já os que se formam em regiões cercadas por fibras tendem a formas mais irregulares, muitas vezes se misturando com as próprias fibras.

Tabela 2. Média e desvio padrão da fração de vazios para 60 campos de duas seções de um tubo.

Fração de Área de Vazios (%)	Amostra Circunferencial	Amostra Axial
Média	2,43	2,46
Desvio Padrão	2,15	1,84

As fibras também podem, neste aumento, ser observadas individualmente. É possível identificar fibras ortogonais ao plano da seção, que aparecem como círculos, e fibras em outras orientações, que aparecem como elipses com diferentes excentricidades. Além disso, é possível perceber danos causados nas fibras pelo processo de preparação da amostra para microscopia. Estes danos, normalmente com coloração escura similar a dos vazios, são mais evidentes em fibras mais inclinadas em relação ao plano de corte. Em alguns casos, aglomerados deste tipo de dano podem gerar regiões escuras com tamanho similar a de um vazio. Nestes casos, a fronteira destas regiões é ainda mais irregular.

Em imagens deste tipo, uma segmentação, baseada em limiarização global, não traz bons resultados. Foi necessário utilizar uma segmentação adaptativa,<sup>(6)</sup> mais sensível a variações locais de intensidade. Este método depende de dois parâmetros: o tamanho da região local de análise e a sensibilidade local para distinguir objetos do fundo. Estes dois parâmetros foram determinados empiricamente a partir da observação do resultado da segmentação sobre um subconjunto dos 60 campos capturados em cada amostra.

Em seguida, uma operação morfológica de abertura baseada no Mapa de Distâncias Euclidianas<sup>(7)</sup> foi utilizada para separar objetos aglomerados. Então, aplicou-se um critério combinado de tamanho e forma para distinguir vazios verdadeiros de vazios espúrios. O limiar de tamanho foi estabelecido empiricamente de maneira similar ao que foi feito para as imagens de mosaico. O critério de forma se baseou na convexidade dos objetos, obtida pela razão entre área projetada no plano da seção e área convexa.<sup>(8)</sup> Objetos convexos tais como os vazios verdadeiros, têm convexidade próxima de 1, enquanto objetos não convexos, tais como aglomerados de fibras quebradas, tem convexidade mais próxima de zero<sup>(9)</sup>.

Uma análise criteriosa dos resultados para cada um dos campos observados, mostrou que, em alguns casos, a aplicação apenas de um limiar de tamanho fornecia resultados superiores aos obtidos com aplicação do critério combinado tamanho/forma. Assim, optou-se por gerar uma tabela com o melhor resultado para cada campo.

Desta forma, foram medidas as frações de áreas de vazios para cada um dos 60 campos coletados e calculados a média e o desvio padrão. Os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Nota-se que os valores médios são praticamente idênticos para as duas seções e similares aos valores obtidos a partir dos mosaicos. No entanto, o desvio padrão é muito maior neste caso, indicando grandes variações locais na fração de vazios. Este resultado não é surpreendente, uma vez que os vazios devem ser mais presentes nas regiões que contém maior proporção de matriz devido as bolhas de ar originadas durante o processo de aplicação da resina. Como entre as 60 imagens coletadas por amostra podem existir campos com frações de matriz muito diferentes, é razoável esperar também uma grande dispersão nas frações de vazio. Este resultado também pode ser relevante na análise de propriedades mecânicas destes materiais, que podem ser afetadas por grandes concentrações locais de matriz, fibras e vazios.

## 4 CONCLUSÕES

A análise por microscopia digital de tubos de materiais compósitos com matriz polimérica reforçada por fibras forneceu informações relevantes sobre a microestrutura do material.

Os mosaicos formados por diversas imagens em baixo aumento fornecem informação qualitativa fundamental, ao revelar a distribuição geral das fibras criada pelo método de enrolamento filamentar.

As medidas de fração de vazios obtidas deste tipo de imagem são muito similares às obtidas de uma estatística de campos individuais em maior aumento. Isto indica que, do ponto de vista de propriedades microestruturais médias dos tubos compósitos, as frações de vazios podem ser adequadamente estimadas tanto por um método quanto pelo outro. Apesar da exigência de um microscópio motorizado, os mosaicos são mais rápidos de obter e têm abrangência maior, gerando imagens mais fáceis de processar e medir.

As frações de vazios medidas, entre 2 e 3%, permitem afirmar que o material utilizado na fabricação destes tubos tem qualidade similar a de compósitos para aplicações aeronáuticas, para os quais se exige fração de vazios < 2%.

O próximo passo desta análise deverá envolver uma caracterização das fibras. Isto envolverá medidas de fração de área ocupada, distribuição de diâmetros, distâncias e orientações das fibras. Este passo é substancialmente mais complexo já que as fibras são objetos menores, exigindo maiores ampliações, sofrem maiores danos devido à preparação, em função de sua fragilidade, aparecem sob formas diferentes, em função de sua orientação, e podem formar regiões aglomeradas, com contato íntimo entre fibras.

## Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer o suporte financeiro do CNPq, através do programa CTPetro, e da FAPERJ. A preparação das amostras foi gentilmente realizada por George Vander Voort, da Buehler Inc.

## REFERÊNCIAS

1. GIBSON, R. F. **Principles of composite materials mechanics**. New York: McGraw-Hill, 1994.
2. AINSWORTH, L. Fibre-reinforced plastic pipes and applications. **Composites**, v.12, n.3, p 185-191, Jul. 1981.
3. GUILD F.J.; RALPH, B. Microstructure-property relationships of GRP. **Journal of Materials Science**, v.14, n.11, p 2555-2559, Nov. 1979.
4. PACIORNIK, S.; GOMES, O. F. M.; BASTOS, A. L.; MAURICIO, M. H. P. Digital Microscopy applied to materials characterization. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE MICROSCOPIA E MICROANÁLISE, 19., 2003, Caxambú. **Anais...** São Paulo: SBMM, 2003.
5. RUSS, J. C. **Computer assisted microscopy**. New York: Plenum Press, 1990.
6. COCQUEREZ, J.-P.; PHILIPP, S. **Analyse d'images: filtrage et segmentation**. Paris: Masson, 1995.
7. GOMES, O. F. M. **Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais**. 2001, 151f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio, Rio de Janeiro.
8. PACIORNIK, S.; MAURICIO, M. H. P. **Digital Imaging in ASM Handbook: Metallography and Microstructures**, v.9, p. 368-402, ASM International, 2004.
9. PACIORNIK, S.; MARTINHO, F.M.; MAURICIO, M.H.P.; D'ALMEIDA, J.R.M. Analysis of the Mechanical Behavior and Characterization of Pultruded Glass Fiber-Resin Matrix Composites. **Composites Science and Technology**, v. 63, n.2, p. 295-304, Feb. 2003.

Recebido em: 05/02/05

Aceito em: 05/06/05

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM - INTERNACIONAL, 59., 2004, São Paulo - SP. São Paulo : ABM, 2004.