



## ESTUDO DE JUNTAS ADESIVAS POR ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS COM RADIAÇÕES IONIZANTES

André Maurício Rique da Silva

Dissertação de Mestrado 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 Mestre em Engenharia Nuclear.

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Rio de Janeiro  
Janeiro de 2015

ESTUDO DE JUNTAS ADESIVAS POR ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS  
COM RADIAÇÕES IONIZANTES

André Maurício Rique da Silva

DISSERTAÇÃO 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 MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR.

Examinada por:

---

Profa. Inayá Corrêa Barbosa Lima, D.Sc.

---

Prof. Davi Ferreira de Oliveira, D.Sc.

---

Prof. Ricardo Tadeu Lopes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL  
JANEIRO DE 2015

Silva, André Maurício Rique da

Estudo de juntas adesivas por ensaios não destrutivos com radiações ionizantes/ André Maurício Rique da Silva. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2015.

XIII, 65 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2015.

Referências Bibliográficas: p. 43-48.

1. Raios X. 2. Microtomografia. 3. Radiografia. 4. Junta colada. I. Lima, Inayá Corrêa Barbosa. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

*Este trabalho é dedicado aos meus pais*

*À minha esposa e aos meus filhos.*

# AGRADECIMENTOS

Ao Grande Arquiteto do Universo, Deus dos mundos, sem Ele não haveria existência.

Aos meus pais, Maurícia e Ayrton (in memorian) , pela orientação que deram-me na vida, no carinho e amor.

A minha esposa Valéria, que me deu força na caminhada em todos os momentos, onde a desistência não faz parte dessa família, cujo meu amor é infinito, e que algumas vezes tive que dormir mais tarde pelo trabalho, desculpe-me foi necessário. Amo muito você minha Rainha.

Ao meu filho Lucas, minha luz, pelas minhas ausências em alguns momentos, mas que estive pronto para estudarmos quando necessário foi. Siga seu caminho e acredite em você, não existe a variável tempo quando se quer aprender.

Ao meu filho João Pedro minha luzinha que tanto me ajuda, e que também estudamos juntos em vários momentos, esse coroa continua estudando, não existe a variável tempo quando se quer aprender, se liga ! Vocês são a minha vida, papai ama muito vocês.

Ao meu chefe Ivantuil que é meu amigo, irmão e que sem o seu apoio não seria possível essa realização, obrigado e TFA.

Aos companheiros de jornada Davi e Alessandra pelo apoio, paciência e orientação nos trabalhos. Muito obrigado e boa sorte em suas vidas.

Ao Professor Ricardo que me ajudou no primeiro passo dessa caminhada, serei grato por tudo, seu apoio foi fundamental nessa trajetória, pois sem ele nada aconteceria.

A Professora Inaya que me aceitou para seu orientando, obrigado pela ajuda, pelas imagens bem elaboradas e sua precisão. Meu muito obrigado por tudo e pelo aprendizado.

Ao amigo José Lopes, que foi fundamental nas atividades na secretaria, meu muito obrigado e coma abacaxi !

Aos funcionários do Programa de Engenharia Nuclear/COPPE pela colaboração e suporte.

Ao Programa de Engenharia Nuclear da COPPE/UFRJ, pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) pelo apoio financeiro.

Ao CENPES/Petrobras e à empresa Ameron International pela oportunidade de realização do projeto.

E a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a conclusão deste trabalho.

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

## ESTUDO DE JUNTAS ADESIVAS POR ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS COM RADIAÇÕES IONIZANTES

André Maurício Rique da Silva

Janeiro/2015

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Programa: Engenharia Nuclear

O objetivo principal deste trabalho foi a investigação das oclusões existentes nas regiões das juntas adesivas de tubos poliméricos reforçados com fibra de vidro e situações práticas que podem ser facilmente encontradas no trabalho de campo. Para tal, foram confeccionados corpos de prova sem defeitos, com falta de adesivo, com falta de adesão e com contaminates em sua superfície. A inspeção foi realizada através de ensaios não destrutivos com radiações ionizantes, tais como tais como Radiografia Computadorizada, Radiografia Digital e Micro-CT. Os resultados mostraram que as três técnicas de imagem foram adequadas para a inspeção das juntas coladas. Entretanto, a micro-CT fornece uma análise quantitativa de toda microestrutura tridimensional, o que apresenta uma grande vantagem dessa abordagem, levando a um melhor refinamento de exame. A variabilidade de magnitude das oclusões nos diferentes tipos de corpo de prova indica uma descontinuidade no processo de fabricação.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

## ADHESIVE JOINTS STUDY BY NON DESTRUCTIVE TESTING WITH IONIZING RADIATION

André Maurício Rique da Silva

January/2015

Advisor: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Department: Nuclear Engineering

The main objective of this work was the investigation of the occlusions presented in the regions of adhesive bonded joints of polymeric tubes reinforced with fiberglass in practical situations that can be easily found in fieldwork. For that purpose, specimens without defects, with lack of adhesive, with non-adherence and with contaminants on its surface were performed. The inspections was carried out by non-destructive testing with ionizing radiation, such as, Computed Radiography, Digital Radiography and Microtomography. The results showed that all three imaging techniques were suitable for inspection of bonded joints. However, the microtomography provides quantitative tridimensional analysis of the entire microstructure, which represents a great advantage of using this approach and sophisticated examinations. The variability of the occlusions magnitude in all different types of specimen indicates discontinuities associated with fabrication process.



# Índice

<b>CAPITULO 1</b> .....	1
Introdução.....	1
<b>CAPITULO 2</b> .....	4
Revisão Bibliográfica.....	4
<b>CAPITULO 3</b> .....	9
Fundamentos Teóricos.....	9
3.1 Materiais Compósitos.....	9
3.2 Radiografia .....	12
3.3 Micro-CT.....	14
<b>CAPITULO 4</b> .....	18
Materiais e Métodos.....	18
4.1.Amostras de GFRPs.....	18
4.2.Técnicas de Imagem.....	20
<b>CAPITULO 5</b> .....	28
Resultados .....	28
<b>CAPITULO 6</b> .....	42
Conclusão.....	42
<b>CAPITULO 7</b> .....	43
Referência Bibliográfica.....	43
<b>APÊNDICE</b> .....	49

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Uma junção colada com correspondência macho cônico e fêmea.....	12
Figura 2 - Sistema da imagem de fósforo de armazenamento.....	13
Figura 3 - Exemplo de um sinograma.....	15
Figura 4 - Dimensões e cortes dos tubos de 16 polegadas.....	18
Figura 5 - Fotografia das amostras GFRPs inspecionadas nesse estudo .....	18
Figura 6- – Exemplificação dos cortes efetuados nas amostras GFRPs.....	20
Figura 7 - Sistema compacto de $\mu$ CTSkyScan/Bruker, modelo 1173.....	23
Figura 8 – Ilustração do ROI analisado na quantificação de micro-CT da região da cola para cada amostra.....	25
Figura 9 – Exemplo de um histograma de uma imagem transversal de micro-CT da junta colada, em que TH=42 é o limiar escolhido para binarização da imagem.....	26
Figura 10 - Exemplo de uma imagem transversal de micro-CT da junta colada da amostra 1-1.....	27
Figura 11 - Imagem de RC para a amostra 1-1.....	28
Figura 12 - Imagem de RD para a amostra 1-1 cortada.....	29
Figura 13 - Reconstruções de micro-CT para a amostra 1-1.....	30
Figura 14 - Amostra 1-1 fotografia evidenciando a ROI investigada na RC, RD e micro-CT.....	31
Figura 15 - Amostra 3-1 fotografia evidenciando a ROI investigada na RC, RD e micro-CT.....	32

Figura 16 - Reconstruções de micro-CT para a amostra 3-1.....	33
Figura 17 - Amostra 7-1 fotografia evidenciando a ROI investigada na RC, RD e micro-CT.....	34
Figura 18 - Reconstruções de micro-CT para a amostra 7-1.....	35
Figura 19 - Amostra 6-4 fotografia evidenciando a ROI investigada na RC, RD e micro-CT.....	36
Figura 20 - Reconstruções de micro-CT para a amostra 6-4.....	37
Figura 21 - – Imagem 3D do VOI quantificado por micro-CT evidenciando a região das oclusões (vermelho), a matriz do material (azul) e a cola (verde).....	39
Figura 22 - Histograma do diâmetro das oclusões existentes nas conexões das juntas coladas obtido através de micro-CT.....	40

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características de matrizes termorrígidas usadas em aplicações Estruturais.....	10
Tabela 2 - Resumo dos parâmetros experimentais utilizados nas técnicas de imagem para as amostras de GFRPs.....	21
Tabela 3 - Parâmetros de aquisição micro-CT.....	23
Tabela 4 - Parâmetros de reconstrução micro-CT.....	24
Tabela 5 - Resultados da avaliação micro-CT 3D para oclusão apresentadas.....	38

## LISTA DE ABREVIÇÕES

American Petroleum Institute	API
Bidimensional	2D
Compósito Reforçado com Fibra	FRC
Dispositivo de Carga Acoplada	CCD
Distância Fonte Detector	DFD
Distância Fonte Objeto	DFO
Ensaio Não Destrutivo	END
Elementos Finitos	EF
Feixe de Ion Focalizado	FIB
Fibra de Vidro Reforçada com Epóxi	GRE
Image Plate	IP
Laboratório de Instrumentação Nuclear	LIN
Luminescência Fotoestimulada	PSL
Microtomografia Computadorizada	Micro-CT
Orientação de Distribuição de Fibras	FOD
Parede Simples Vista Simples	PSVS
Plástico Reforçado com Fibra de Vidro	PRFV
Polímeros Reforçados com Fibras de Vidro	GFRPs
Programa de Engenharia Nuclear	PEN
Radiografia Computadorizada	RC
Radiografia Digital	RD
Região de Interesse	ROI
Transistor de Filme Fino	TFT
Tridimensional	3D
Tomografia Computadorizada	CT
Universidade Federal do Rio de Janeiro	UFRJ

# Capítulo 1

---

## Introdução

A indústria de tubos de fibra de vidro vem sendo solicitada a buscar inspeções mais criteriosas com o intuito de melhorar a qualidade de seus produtos. Essa demanda é convocada por parte do serviço atacadista de grandes empresas devido a dinâmica do mercado e a reestruturação da indústria nacional. Sendo assim, visando minimizar prejuízos e possíveis perdas a busca por um melhor controle de qualidade das mercadorias é fundamental.

Grande parte da infra-estrutura de dutos é construída a partir de aço carbono. O aço é uma liga metálica composta por Ferro (Fe) e Carbono (C) podendo conter composições diversas de outros elementos de ligas. Suas propriedades mecânicas são sensíveis ao teor de carbono, de forma a classificação de seu tipo também ocorre baseado nesse intervalo. Os aços de alta resistência e baixa liga fazem parte do grupo de ligas com baixo teor de carbono. A maioria pode ter sua resistência aumentada diante tratamento térmico, ademais são ductéis e podem ser usináveis. Os aços com alto teor de carbono são os mais duros e mais resistentes, entretanto menos ductéis (CALLISTER , 2002). Aços de maior resistência e tenacidade permitem a operação de dutos sob pressões mais elevadas e a confecção de estruturas mais seguras. Dependendo do tipo de aço algumas inclusões metálicas podem resultar na diminuição das propriedades mecânicas e na aceleração do processo corrosivo, especialmente nos de alta resistência. Os tubos utilizados na área de petróleo são geralmente classificados segundo a Norma API (*American Petroleum Institute*) em função da sua aplicação e resistência mecânica, tendo como finalidade fornecer padrões adequados para o transporte de gás, água e óleo. Esse tipo de aperfeiçoamento é de grande valia, significando que maiores volumes desses fluidos podem ser disponibilizados a um preço menor por unidade de transporte. A crise financeira global suplanta uma queda na demanda financeira por aço com objetivo de reduzir a exposição de dutos fabricados por esse tipo de material em ambientes corrosivos. Uma forma de ultrapassar esse problema é a utilização de um outro material com uma elevada resistência à corrosão, baixa densidade e boa propriedade mecânica, tais como polímeros reforçados com fibras de vidro (GFRPs) (PRICE,

2002). Diferentes materiais poliméricos são selecionados para serem quimicamente resistentes frente ao fluido transportado e, conseqüentemente, não serem influenciados pelas condições de operação.

A estrutura dos compósitos é constituída por uma combinação de dois ou mais produtos não solúveis entre si. Um de seus produtos é chamado de fase de reforço e outro de matriz (ASTROM, 1997). Nesse contexto, é frequente o encontro na literatura do termo “materiais compósitos” (material constituído de matriz polimérica e reforços de vidro). Esses materiais podem possuir comportamento anisotrópico, ortotrópico ou quase isotrópico, a depender do tipo e da direção preferencial das fibras, sendo o componente mais resistente e rígido do compósito (KAW, 2006). Os GFRPs representam uma alternativa atraente para tubulações sujeitas a ambientes severos internos ou externos em aplicações onshore ou offshore (LEES *et al.*, 2006). Existem vários tipos de uniões mecânicas ou coladas nesse tipo de tubulação podendo obter classificação tais como, adesivadas, laminadas (*hand layup* ou *spray up*), ponto e bolsa (*quick-lock joint*) com vedação elastomérica, flangeladas roscadas e outras. Em conexões do tipo ponto e bolsa, por exemplo, a extremidade de um dos dutos, que tem conicidade, é introduzida no duto subsequente, também apresentando conicidade, mas de diâmetro um pouco maior. Eles são unidos por um adesivo polimérico específico para este tipo de junção a uma determinada condição de temperatura de operação (OLIVEIRA, 2010).

GFRPs, bem como qualquer outro tipo de material, podem adquirir danos. Sua origem engloba todos os passos do processo de manufatura bem como outras exposições ocorridas durante a instalação ou tempo de vida útil. No específico de juntas coladas, os defeitos com maior possibilidade de ocorrer são as oclusões (porosidades), trincas, falta de adesivo (quantidade de adesivo insuficiente, gerando áreas com vazios) e falta de adesão (*kissing bond*) quando ocorre a não aderência do adesivo a superfície.

A inspeção estrutural e a avaliação dos materiais que compõem as juntas dos dutos são imperativas visto sua grande utilização na indústria brasileira. Os fatores mais preocupantes associados a esses materiais estão relacionados à ocorrência de descolamento e/ou perda de adesão caracterizada por excesso de poros na composição do adesivo. Os ensaios não-destrutivos (END) são técnicas, procedimentos ou processos empregados para garantir a qualidade e a confiabilidade de máquinas, equipamentos e materiais sem danificá-los. Também são empregados para proporcionar informações acerca de defeitos de um determinado produto bem

como sua monitoração de degradação. As principais técnicas de END compreendem correntes parasitas, emissão acústica, líquido penetrante, partículas magnéticas, ultrassom, termografia, ensaio visual, radioscopia, radiografia e gamagrafia. A tomografia computadorizada (CT) é uma técnica de radiação ionizante que também pode ser aplicada a indústria de END (REIMERS, GILBOY, GOEBBELS, 1984). A técnica de microtomografia por transmissão de radiação X (micro-CT) vem sendo empregada em END com a grande vantagem da inspeção de materiais diretamente através do conhecimento volumétrico (CARMIGNATO, 2012, MACHADO, MACHADO, LOPES, LIMA, 2013).

Nesse contexto, a proposta desse estudo foi realizar a caracterização das juntas coladas de GFRPs através do levantamento de propriedades estruturais, tais como, percentual de oclusões (porosidade total), falta de adesão e/ou adesivo, que são evidenciados no momento de adesão das juntas coladas por motivos adversos ao processo. Para tal investigação foram utilizadas as técnicas de radiografia e de micro-CT. Especificamente, foram utilizadas as técnicas de radiografia computadorizada (RC), radiografia digital (RD) e micro-CT. As duas últimas técnicas utilizam detector plano do *tipo flat panel* para registro da radiação. Os corpos de prova utilizados possuíam 16 polegadas de diâmetro e os mesmos simularam condições reais da junção de GFRPs, ou seja, falta de adesão/adesivo, contaminação de superfície e sem defeitos.

A estrutura do texto dissertativo encontrada nesse documento foi produzida de forma a satisfazer os objetivos do estudo, se iniciando pela introdução do tema em questão situada no presente capítulo. Posteriormente, sua divisão segue em cinco partes distintas e um apêndice: Revisão de Literatura, Materiais e Métodos, Resultados e Discursão, Conclusões e Referências Bibliográficas. O apêndice consta do trabalho submetido a publicação em periódico indexado.



# Capítulo 2

---

## Revisão Bibliográfica

REYNOLDS (1985) mostrou que materiais compósitos reforçado em fibra podem requererem inspeção e controle de qualidade de tipos diferentes daquelas necessárias por metais estruturais convencionais. Isso ocorre devido as técnicas especiais de fabricação por meio do qual eles são empregados. As técnicas de END são particularmente aptas a essa finalidade, pois o compósito pode variar de constituição de ponto a ponto e a remoção de amostras para análise destrutiva não seria permitido e nem útil. A qualidade das fibras usadas, bem como dos materiais de matriz podem ser reguladas por amostragem e controle de processos, mas isso deixa muitos significativos problemas com os compósitos, tais como a determinação de: (a) estado de cura da matriz de resina; (b) a porosidade da matriz da resina; (c) fração de volume de fibras; (c) a orientação da fibras e manta; (e) condições de interface fibra-matriz e a detecção de: (f) delaminações e rachaduras translaminar; (g) inclusões exterior; (h) a falta de ligação das chapas de camadas adjacentes ou outra estrutura.

SALVO *et al.* (2003) mostraram que a CT é uma técnica de END que fornece informação 3D de materiais. Por conseguinte, é muito atraente em Ciência dos Materiais já que a relação entre as propriedades macroscópicas e microestrutura de um material é frequentemente necessário. Nesse trabalho foram apresentados os resultados obtidos em várias investigações de materiais metálicos, tais como deformação superplástico, materiais no estado semi-sólido e espumas metálicas. Dependendo das características estudadas, foram utilizados vários modos de análise de CT (modo de absorção convencional, com contraste de fase e holo-tomografia). Além disso, a técnica de Micro-CT permitiu que se executassem experimentos *in situ* pelo uso de um aparelho de teste mecânico ou uma fornalha.

SCHILLING *et al.* (2005), avaliaram as capacidades e limitações de micro-CT para a caracterização dos danos e falhas internas, incluindo a delaminação e microfissuras, em polímero de matriz de materiais compósitos reforçados com fibras. As amostras com uma variedade de tipos de danos e geometrias, e de várias dimensões, foram investigados para avaliar o efeito do sistema de resolução sobre a capacidade de determinar a geometria interna de falhas. É dada especial atenção à detecção de

microfissuras, um assunto de interesse crítico no estudo de polímero de matriz laminados compósitos reforçados com fibra. Os resultados demonstram que a micro-CT pode facilitar a caracterização da geometria interna de falhas, incluindo a delaminação, o craqueamento matriz, e microfissuras, em laminados de polímero reforçado com fibras. No entanto, é limitada devido à dependência do agente de contraste, requerendo conectividade suficiente das fissuras e a penetração do corante.

A Micro-CT tem sido utilizada como uma base para a obtenção de modelos microestruturalmente realistas através do método de elementos finitos (FE). Os efeitos prejudiciais da porosidade foram examinados em vários sistemas. A combinação dessa abordagem é uma boa ferramenta para investigação acadêmica, pois não só fornece uma modelagem legítima das microestruturas, mas que permite a validação dos modelos por ser capaz de medir em 3D a real deformação ao longo do tempo. Como exemplo, o trabalho de FERRIE *et al.* (2006) utilizou micro-CT com radiação Síncrotron e a simulação em 3D, com aplicação de FE, na avaliação da transmissão da fadiga de trinca. Especificamente, a aplicação de FE é usada para calcular os fatores de intensidade de tensão ao longo da frente da trinca tendo em consideração a geometria 3D extraída da micro-CT. A propagação de trincas por fadiga que foi observada experimentalmente é comparado com simulações numéricas. Cada imagem tomográfica 3D adquiridas durante o teste de fadiga mostra a forma da trinca dentro da liga de alumínio. A fenda estudada, não obstante a sua pequena dimensão, pode ser considerada microestruturalmente elástica, longa e linear. Durante a propagação da trinca, nove exames foram realizados e renderizações 3D da rachadura em diferentes estágios de sua evolução foram obtidos. Essa abordagem pode ser usada para caracterizar *in situ* fissuras de fadiga existentes na maior parte dos materiais opacos com uma resolução perto de 1  $\mu\text{m}$ , o que é relevante para o estudo da propagação da trinca.

PINCU (2008) evidenciou que a RD vem superando a radiografia convencional no trabalho de campo, onde a radiografia digital portátil oferece muitos benefícios para os usuários. A necessidade de inspeções de alta qualidade, aumentando a eficiência são muito exigidos na indústria naval, como nas áreas de soldagem em navios onde são formados longas filas para sua verificação e o processo é tedioso e em longo tempo. Com a técnica de RD reduz significativamente o tempo de inspeção, pois não há nenhuma digitalização ou desenvolvimento e as imagens são adquiridas imediatamente na tela do computador.

Ensaio de RC e RD são práticas comuns na inspeção industrial. OLIVEIRA (2010) estudou a viabilidade do emprego da técnica RC na detecção de descontinuidades no adesivo polimérico empregado na união entre trechos de dutos com GFRPs. Os testes em corpos de prova de diferentes diâmetros, com vários tipos de descontinuidades na região do adesivo, foram realizados em laboratório e os resultados de RC foram comparados com os resultados de radiografia convencional. Após a validação, foram executadas radiografias com a técnica de RC em um circuito hidráulico para verificar a detectabilidade de descontinuidades das juntas com a presença de fluido no interior da tubulação, o que simula uma condição real de funcionamento. Foram realizados ainda ensaios radiográficos adicionais inserindo elementos externos ao adesivo objetivando sua atuação como agentes de contraste. Os resultados obtidos com a técnica de RC mostraram as mesmas indicações que as imagens de radiografia convencional, com redução da exposição em até 85 %. Os resultados das imagens do circuito hidráulico mostraram que é possível detectar defeitos mesmo com a presença de fluidos na tubulação, o que é de grande importância para a inspeção de dutos em funcionamento.

A união de materiais com adesivo é definido como o processo de juntar peças usando uma substância não-metálicas (adesiva), que sofre uma reação de endurecimento físico ou químico, fazendo com que as partes se unam por meio de aderência da superfície (aderência) e resistência interna (coesão) (GARCIA *et al.*, 2011).

OLIVEIRA *et al.* (2011) utilizaram RC para detectar descontinuidades em adesivos poliméricos que são usados para unir segmentos de dutos feitos de resina epóxi reforçada com fibra de vidro. Os testes foram realizados a fim de avaliar a detecção das descontinuidades de certas articulações que contenham líquidos dentro dos dutos, com o objetivo de simular condições reais de trabalho. Os resultados mostram que é possível detectar defeitos mesmo em tubulações que contenham fluidos, o que é altamente relevante para a inspeção operativa dutos feitos de materiais compósitos. Na indústria do petróleo, materiais compósitos têm sido utilizados cada vez mais frequentemente, especialmente no que diz respeito ao transporte de fluidos nos dutos.

DANCETTE *et al.* (2011) avaliaram pontos de solda de aço de alta resistência utilizando micro-CT, metalografia e fractografia. Sua aplicação acentuada está relacionada ao carro, onde possui vários pontos de solda. Um modelo FE foi desenvolvido de modo a ilustrar a forma de como os mecanismos competem e levam a um determinado tipo de falha. Regiões da solda são frequentemente mais sensíveis

a falhas interfaciais do que os aços macios convencionais. Foram identificados três principais mecanismos de falha e zonas de falha: (i) a localização de deformações na Base Metal/Sub-Crítica Zona Afetada de Calor, (ii) o cisalhamento dúctil em torno da solda da ponta do entalhe e (iii) fratura semiquebradiço no cordão de soldadura, a partir da superfície de contato.

LORENZONI *et al.* (2013) quantificaram o volume de vazios (oclusões/porosidade) e a área de superfície aderente resultante do passador de compósito reforçado com fibras (FRC) utilizando Micro-CT. Arquitetura espacial tridimensional (3D) das estruturas e a análise volumétrica revelou que 9,9% da resina foram compostos de vazio e que a área ligada entre a dentina da raiz e cimento era 60,6% maior do que entre o cimento e passador FRC.

BALDAN (2012) estudou a importância da aderência dos materiais quando são colocados em contato. A aderência adequada entre eles é muito importante em setores industriais, incluindo as indústrias automotiva e aeroespacial, aplicações biomédicas, e microeletrônica. Esse estudo concluiu que a adesão é um fenômeno complexo e uma série de fatores afetam a adesão, incluindo o tipo de aderente e adesivo, superfície de pré-tratamento, a espessura da cola e colagem.

Os defeitos que são mais frequentemente encontrados em juntas coladas de sistemas de tubulação com fibra de vidro reforçado com epóxi (GRE) são a falta de adesivo, o descolamento e as delaminações. Essas características só podem ser detectadas através de testes hidrostáticos ou em condições operacionais, devido a vibrações induzidas. (LEES *et al.*, 2006, BELLA *et al.*, 2013, GARCIA *et al.*, 2011, TAKAHASHI, 2002). A maioria das falhas de serviço em sistemas desse tipo são devido a erros cometidos durante a fase de montagem. Por exemplo, quando o adesivo se desfaz ou perde o seu poder de adesão, a perda de pressão nas linhas pode ocorrer, bem como vazamentos de óleo ou contaminação do óleo, o que pode resultar em perdas de produtividade, danos ambientais e até mesmo acidentes mortais. Por esses motivos existe uma necessidade de métodos de controle capazes de avaliar tanto a integridade e a qualidade dos adesivos utilizados em tais juntas. Devido às dificuldades e os altos custos implicados na interrupção dos processos de produção comercial, muitas vezes é necessário que os métodos de END sejam empregados na avaliação conjunta do processo.

LIMA *et al.* (2013) utilizaram RC, RD e Micro-CT de forma a realizar estudos em inspeção e medidas de END para controle de juntas soldadas na área industrial. A porosidade pode ser muito importante porque ela está relacionada com as

propriedades de liga e interliga, tais como a degradação de desempenho mecânico. Nesse trabalho investigaram falhas críticas de soldagem, tais como rachaduras longitudinal, sagital e transversal, a falta de penetração e porosidade. Técnicas digitais representam um avanço na qualidade dos exames de imagem, especialmente por Micro-CT 3D, permitindo a avaliação da distribuição de espessura e o percentual do volume de material não destrutivo.

CRUPI *et al.* (2011) investigaram experimentalmente diferentes tipos de compósitos (compósitos laminados, sanduíches de espuma de PVC, alumínio espuma e sanduíches tipo favo de mel, madeira laminada) submetidos a teste de impacto de baixa velocidade e da análise de seus modos de colapso, bem como o estudo de sua resposta estrutural em termos de capacidade de absorção de energia. O modo de falha e os danos internos dos compósitos impactados foram investigados usando duas técnicas experimentais: CT e termografia. Mostraram que a área danificada pode ser facilmente detectada por meio de uma termocâmera durante o evento e as suas dimensões podem ser confirmadas por meio de análise de CT, após a ocorrência do evento.

MUHAMMAD *et al.* (2014), escreveram que a orientação do segmento de distribuição de fibras é de fundamental importância e que a colocação das fibras não pode ser controlada individualmente durante a fabricação e o tecido não pode ser representado por um padrão de repetição geométrica. Esse parâmetro é uma das principais propriedades de uma teia fibrosa ou tecido e a sua influência no comportamento mecânico, transporte de fluidos, distribuição de tamanho dos poros, impregnação de resina e a tradução das propriedades das fibras.

# Capítulo 3

---

## Fundamentos Teóricos

### *3.1 Os Materiais Compósitos*

Os materiais compósitos são formados por uma estrutura de reforço inserida em uma matriz, onde o produto final apresenta uma combinação de propriedades dos seus constituintes. O reforço geralmente é feito por fibras, que apresentam alta resistência à tração e a matriz une as fibras de forma a permitir que as tensões sejam transferidas para a fibra, resultando num material reforçado (CALLISTER, 2002). O compósito é projetado de modo que as cargas a que a estrutura é submetida em serviço sejam suportadas pelo reforço. Suas propriedades dependem da matriz, do reforço e da interface. Desta forma, muitas variáveis precisam ser consideradas ao se projetar um compósito: o tipo de matriz (metálica, cerâmica e polimérica), o tipo de reforço (fibras ou partículas), suas proporções relativas, a geometria do reforço, método de cura e a natureza da interface. Cada uma destas variáveis deve ser cuidadosamente controlada a fim de produzir um material estrutural otimizado para as circunstâncias nas quais será usado (GIBSON, 1994).

Os materiais poliméricos são os mais usados em uma ampla diversidade de aplicações dos compósitos, devido as suas propriedades à temperatura ambiente, da sua facilidade de fabricação e de seu custo (CALLISTER, 2002). Os compósitos poliméricos, também denominados plásticos reforçados, são materiais formados por uma matriz polimérica e um reforço. Entre as vantagens do compósito polimérico estão: baixo peso, resistência à corrosão e ótimas propriedades mecânicas quando comparados com alguns materiais convencionais de engenharia.

A função da matriz polimérica assim como das demais matrizes é transferir o carregamento aplicado no material para as fibras, mantê-las ancoradas e agrupadas, e protegê-las contra danos superficiais (abrasão mecânica ou reações com o ambiente), o que contribui no controle das propriedades do compósito (GIBSON, 1994). Elas matrizes poliméricas podem ser termorrígidas ou termoplásticas. As termoplásticas amolecem com o aquecimento e eventualmente fundem, e endurecem quando resfriadas e as termorrígidas são formadas por uma reação química interna entre a

resina e o endurecedor ou a resina e o catalisador, sofrendo uma reação não reversível formando um produto duro e infusível, que se degrada com o aquecimento (PILATO *et al.*, 1994). As resinas poliméricas termorrígidas mais amplamente utilizadas para aplicações estruturais na indústria são as resinas poliéster, vinil éster e epóxi. As poliéster e vinil éster tem um custo menor. Já as resinas epóxi são mais caras e, além de aplicações comerciais, também são muito utilizadas em compósitos de matriz polimérica para aplicações aeroespaciais, por que possuem melhores propriedades mecânicas e melhor resistência à umidade do que as anteriores (CALLISTER, 2002). Na tabela 1 pode ser observada as características de cada uma dessas matrizes, sendo que cada uma delas apresenta características particulares quanto ao processamento e desempenho (ASTROM, 2000).

Tabela 1 – Características de matrizes termorrígidas usadas em aplicações Estruturais (adaptação de Astrom, 2000).

<b>Sistema</b>	<b>Poliéster</b>	<b>Vinil Éster</b>	<b>Epóxi</b>
<b>Tipo de Resina</b>	Ortoftálica, isoftálica, halogenada	Époxi, novolac, resinas epóxi éster de bifenol	Epicloridrina/bifenol-A
<b>Tipo de Indicador</b>	Peróxido Orgânico	Peróxido Orgânico	Aminas e ácidos anidrido
<b>Volume de Concentração</b>	7-9 %	7-9 %	1-4 %
<b>Adesão Interfacial</b>	Baixa	Média	Alta
<b>Propriedades Mecânicas</b>	Baixa	Média	Alta
<b>Resistência à Fadiga</b>	Média	Média	Alta
<b>Resistência Química</b>	Média	Alta	Média

Um material de grande importância é a fibra de vidro Reforçado com epóxi (GRE), que vem sendo utilizado onshore para aplicações de baixa e alta pressão com uma

grande variedade de fluídos, incluindo hidrocarbonetos (STRINGFELLOW, 1992). Já nas aplicações *offshore* vem sendo utilizados somente em sistemas aquosos de baixa pressão (GIBSON, 2000).

As fibras de vidro atuam como reforço estrutural dos laminados, proporcionando aumento das propriedades mecânicas. Os diferentes tipos, formas de arranjo e proporções dos reforços de fibras de vidro, conferem características e propriedades físicas distintas para cada tipo de aplicação e construção exigida. Os principais tipos e formas de reforços de fibras de vidro são: Fios contínuos, Fios picados, Mantas e Tecidos. As principais características das fibras de vidro são: Altas propriedades mecânicas, Baixo coeficiente de dilatação, Manutenção das propriedades em altas temperaturas e Baixo peso específico.

Além das resinas e fibras de vidro, são utilizados outros componentes na construção do PRFV. Esses componentes contribuem e também modificam as propriedades físicas dos laminados, em função das características e necessidades de aplicação, a saber.

Catalisadores e aceleradores: são substâncias com funções de promover a cura ou polimerização das resinas poliméricas;

Estireno: participa do processo de cura e ajusta a viscosidade das resinas;

Absorvedores de Ultravioleta: são aditivos que absorvem a energia das radiações ultravioleta;

Pigmentos e Corantes: são usados para colorir e proteger as estruturas de PRFV contra os raios solares;

Cargas Minerais: podem ser usadas para reduzir a exotermia e ajustar coeficientes de dilatação térmica;

Véu de Superfície: são utilizados para assegurar e garantir uniformidade de espessura e alta concentração de resina no laminado interno (liner) dos equipamentos em PRFV. Existem véus de polipropileno ou poliéster, e véus de fibras de vidro. O tipo e quantidade de véu usado nos equipamentos de PRFV, dependem da agressividade química do fluído.

Resinas epóxi são polímeros de peso molecular relativamente baixo capaz de ser processado sob uma variedade de condições. Duas vantagens importantes dessas resinas sobre resinas de poliéster não saturadas são: primeiro, estas podem ser parcialmente curadas e armazenadas neste estado e segundo estas exibem pouco encolhimento durante a cura. Entretanto, a viscosidade de resinas epóxi convencionais é maior, e estas são mais caras comparadas com resinas poliéster. As resinas



curadas possuem alta resistência química e a corrosão, boas propriedades térmicas e mecânicas, excelente adesão a uma variedade de substratos e boas propriedades elétricas. Sua maior limitação é o alto tempo de cura e a baixa performance em ambientes quentes e úmidos. Aproximadamente 45% do total de resinas epóxi produzidas são usados em capas protetoras. Enquanto o restante é usado em aplicações estruturais como laminados e compósitos, ferramentaria, moldagem, fundição, construção, adesivos e CT (VARMA *et al.*, 2000). A figura 1 mostra a seção longitudinal de um duto de fibra de vidro reforçado com epóxi (GRE).

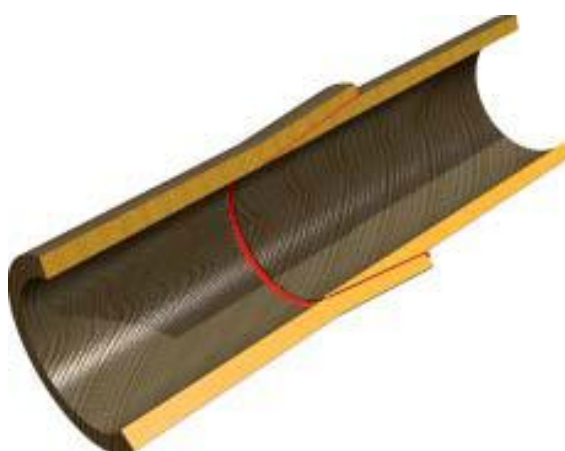


Figura1– Uma junção colada com correspondência macho cônico e fêmea (AMERON, 1994).

### 3.2 Radiografia

A radiografia convencional é o processo de obtenção de imagens bidimensionais (2D) utilizando feixes de raios X juntamente com a combinação tela-filme como receptor de imagem. Após a interação da radiação com o corpo de prova, a imagem radiográfica é obtida. Essa imagem fornece informações pontuais dos detalhes presentes no objeto inspecionado. Essa técnica é uma valiosa ferramenta na área industrial, sendo destacada como evolução tecnológica a radiografia digital. Ela é hoje uma realidade em diversos ambientes, sendo largamente encontrada em ensaios de END. Nesse caso, os receptores de imagem utilizados convertem a radiação X de forma indireta ou direta para que seja produzida a imagem digital. Dependendo desse

processo a técnica pode ser classificada como radiografia computadorizada (RC) ou radiografia digital (RD).

Um sistema de radiografia computadorizada (RC) é constituído comumente por uma unidade de computador, um scanner especial e uma placa de imagem de fósforo (IP). O IP é um detector de radiação ionizante 2D que utiliza materiais fotoestimuláveis, como por exemplo  $BaFX:Eu^{2+}$  ( $X = Cl, Br, I$ ), que após sua exposição a radiação forma a imagem latente. O processo que permite que as imagens sejam adquiridas por essas placas é chamado luminescência fotoestimulada PSL (*Photostimulated Luminescence*) (TAKAHASHI, 2002). Após o escanamento por um scanner especial a imagem latente é transformada em uma imagem radiográfica. O feixe do scanner é do tipo laser (vermelho,  $\lambda = 680 \text{ nm}$ ), o qual é utilizado para estimular as partículas de fósforo, levando-os a liberar a energia armazenada no seu interior e converter em luz visível; este é o PSL. A intensidade do PSL é diretamente proporcional à quantidade de fótons de raios X absorvida pelo armazenamento do fósforo. Tais fótons visíveis são recolhidos por um guia de luz e transferidos para um tubo fotomultiplicador, em que são transformados em sinal eletrônico, amplificado e transmitido a um conversor analógico/digital. Como resultado, os sinais digitais formam uma imagem radiográfica (SILVA, 2014). Um esquema didático desse processo pode ser visualizado na figura 2.

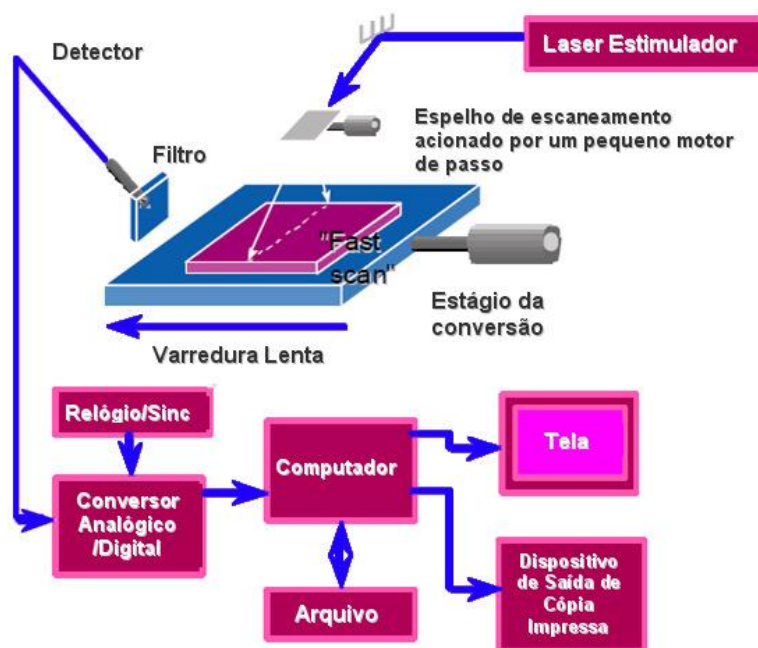


Figura 2- Sistema da imagem de fósforo de armazenamento (Mazur, 2006).

Sistemas de Radiografia Digital (RD) utilizam detectores de tela plana, chamados *flat panel*, que possuem mecanismos integrado e diretos de leitura da radiação. Eles foram introduzidos no mercado no final da década de 1990 com elemento detector constituído de um transistor de filme fino (TFT - *Thin Film Transistor*). Fazem parte de sua composição um camada de material cintilador e um fotodiodo. Mais especificamente, os detectores do tipo *flat panel* são dispositivos de tela plana baseado no arranjo de fotodiodos de silício amorfo (a-Si) e finos transistores em combinação com cintiladores de iodeto de cério ativado com tálio (CsI(Tl)). Este sistema de leitura eletrônica permite um processo de leitura ativa (LANÇA, 2009).

A inspeção radiográfica é essencial para diversos ramos, pois é versátil, rápida e econômica. No entanto, a CT é inerente quando se deseja o conhecimento de medições em 3D. A TC é mais lenta em comparação com a RC/RD, mas por outro lado, oferece uma melhor exatidão e é adequada para inspeções off-line (NEUBAUER, 1997).

### 3.3 *Micro-CT*

A técnica de CT é capaz de prever a distribuição de toda estrutura interna ou de superfície presente no corpo de prova, tornando-se uma técnica superior a RC/RD. Com o advento da tecnologia a evolução da obtenção de informações através de imagens de raios X foi alcançada em TC, possibilitando a visualização de uma seção plana do corpo de prova de forma e a localização exata de uma determinada característica estrutural. É um método não destrutivo que produz imagens da estrutura interna de um objeto, que não necessita de ser previamente modificado, ou seja, o objeto inspecionado não precisa ser submetido a um método de preparação, tais como impregnação, desbaste ou polimento (STOCK, 2008).

A concepção médica de CT é a mais conhecida pelo público em geral. Nesse caso, o ensaio ocorre com o conjunto fonte de radiação e detector de imagem se movimentando ao redor do paciente, o qual permanece imóvel durante o exame. Entretanto, também é possível a obtenção de imagens de CT com o sistema fonte-detector estático, de forma que o corpo de prova rotacione ao longo de seu eixo. Essa é configuração básica encontrada nos equipamentos industriais, pois nesse último

caso não há a preocupação com limite de dose de radiação, fato primordial na área médica.

A micro-CT é um progresso da CT no que diz respeito a resolução espacial da imagem adquirida, podendo chegar até aproximadamente  $1\ \mu\text{m}$  (DUNSMUIR,1991). A resolução espacial dos sistemas convencionais de TC ( da rodem de  $0,5\ \text{mm}$ –  $1,0\ \text{mm}$ ) é tipicamente limitada pela geometria do feixe de raios X, juntamente com as características do detector.

O princípio físico da micro-CT é o mesmo da CT de forma que uma série de radiografias são obtidas e reconstruídas matematicamente para produzir a imagem digital 3D, em que cada voxel (menor elemento de volume de uma imagem de CT) está relacionado com a absorção de raios X. As representações 3Ds são processadas digitalmente para se obter os parâmetros geométricos e/ou morfológicos quantitativos relevantes, dependendo do foco de investigação (OLIVEIRA *et al.*, 2011).

Um importante fator que determina a qualidade da imagem reconstruída é o número de projeções coletadas na aquisição do conjunto de dados de micro-CT, quando o corpo de prova é rotacionado ao longo do seu eixo principal (rotação de  $360^\circ$ ). A distribuição obtida dos dados de projeções como uma função do ângulo de projeção é chamada sinograma, e pode ser visto na figura 3.

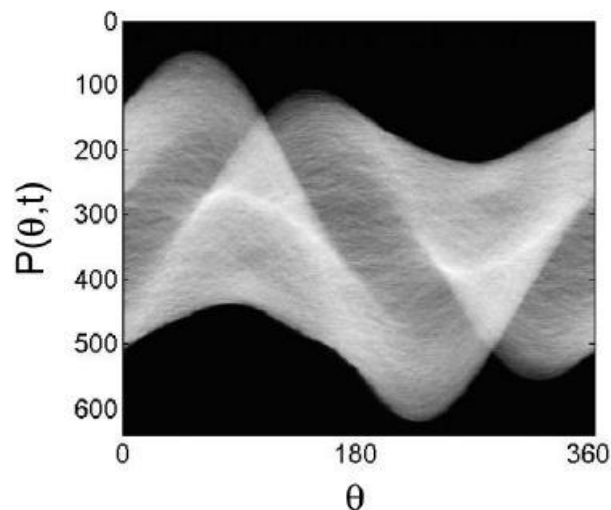


Figura 3: Exemplo de um sinograma (FORSBERG, 2008).

Ao estudar um sinograma, também é possível detectar se o objeto estudado se movimentou durante a varredura, o que induziria um movimento descontínuo das

características do objeto, para um número limitado de ângulos. Este movimento indesejado resulta em artefatos no *slice* reconstruído.

A primeira etapa de Micro-CT é a aquisição, que tem como função converter uma imagem em uma representação numérica adequada para o processamento digital subsequente. Este bloco compreende dois elementos principais. O primeiro é um dispositivo físico sensível a uma faixa de energia no espectro eletromagnético (como Raios X, ultravioleta, espectro visível ou raios infravermelhos), que produz na saída um sinal elétrico proporcional ao nível de energia detectado. O segundo, o digitalizador propriamente dito, converte o sinal elétrico analógico em informação digital, isto é, que pode ser representada através de bits 0 e 1. Um módulo de aquisição de imagens é normalmente conhecido pelo nome de *frame grabber*. (MARQUES *et al.*, 1999).

O processo de reconstrução de imagem é o próximo passo na linha de execução do ensaio de Micro-CT e constitui um caminho matemático que envolve a obtenção dos coeficientes de atenuação  $\mu(x,y)$  a partir das medidas dos raios-soma. Dessa forma, a CT fornece uma imagem da fatia do material inspecionado na forma dos seus coeficientes de atenuação. A grande quantidade de dados medidos que são necessários para diversas fatias de corte e, a complexidade dos algoritmos de reconstrução para confecção das imagens, faz com que haja necessidade de computadores rápidos de alta velocidade (LIMA, 2006).

A partir da obtenção das seções transversais (coronais ou sagitais), as imagens de Micro-CT são processadas digitalmente para que o corpo de prova seja devidamente caracterizado, a partir de avaliações tanto quantitativas quanto visuais. Esse processo alarga o espectro da caracterização de materiais, pois permite fazer medidas impossíveis de serem realizadas manualmente, atribuindo maior reprodutibilidade, confiabilidade e velocidade ao processo (GOMES, 2001). O processamento de imagens digitais envolve procedimentos normalmente expressos sob forma algorítmica. Em função disto, com exceção das etapas de aquisição e exibição, a maioria das funções de processamento de imagens pode ser implementada via software. O uso de hardware especializado para processamento de imagens somente será necessário em situações nas quais certas limitações do computador principal (por exemplo, velocidade de transferência dos dados através do barramento) forem intoleráveis (MARQUES *et al.*, 1999).

Para se alcançar os atributos quantitativos, as imagens de Micro-CT expressas em tons de cinza são segmentadas. Todavia, para o sucesso da análise de micro-CT é necessário que o processamento de imagem de segmentação seja adequado. A da

metodologia de segmentação depende da quantidade de fases que a amostra de interesse possui, além do tamanho dos objetos individuais e do arranjo espacial/formas (JUNGMANN, 2014). É uma tarefa difícil de implementar. Existem diversas técnicas de segmentação baseadas em diferentes princípios (limiarização de histograma, detecção de bordas, textura, morfologia matemática, etc). A mais clássica e mais utilizada é a segmentação por faixa tonal, também chamada de limiarização ou *thresholding*. A limiarização usa o tom de cinza dos pixels para distingui-los, considerando como objetos, as regiões dos pixels contíguos com tom de cinza dentro de uma faixa tonal delimitada a partir de um limiar ou tom de corte. O ponto mais sensível da limiarização é a escolha correta dos tons de corte, ou seja, a seleção adequada do valor do limiar que irá separar as diferentes fases pertencentes ao corpo de prova.

O histograma da imagem é simplesmente um conjunto de números indicando o percentual de pixels naquela imagem que apresentam um determinado nível de cinza. Estes valores são normalmente representados por um gráfico de barras que fornece para cada nível de cinza o número (ou o percentual) de pixels correspondentes na imagem. Através da visualização do histograma de uma imagem obtemos uma indicação de sua qualidade quanto ao nível de contraste e quanto ao seu brilho médio (se a imagem é predominantemente clara ou escura) (MARQUES *et al.*, 1999).

# Capítulo 4

---

## Materiais e Métodos

### 4.1. Amostras de GFRPs

As amostras utilizadas para realização dos ensaios de RC, RD e micro-CT são compostas de materiais compósitos poliméricos. A concepção desses materiais compósitos envolve uma camada interna rica em resina ester-vinílica (espessura de 0,25 mm ou 0,5 mm) juntamente com um reforço com véu de superfície (poliéster ou vidro “C”), chamada de *Liner*, que é responsável pela contenção do ataque corrosivo dos agentes químicos. Logo após essa camada, há uma camada intermediária chamada de barreira química, também rica em resina ester-vinílica, porém com reforço de fibras de vidro multidirecionais (manta ou *chopped*), bidirecionais (tecido ou *woven roving*) ou unidirecionais (*hooped glass*). Existe um acabamento externo, igualmente cheio da mesma resina, responsável pela proteção externa, que pode ser aditivada com absorvedor de raios ultravioleta ou pigmentos de acordo com aplicação. Os dutos foram fabricados por enrolamento filamentar e, após essa etapa foi efetuada a junção dos trechos simulando uma situação real ocorrida em campo.

As inspeções de imagem foram realizadas no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), pertencente ao Programa de Engenharia Nuclear (PEN). Foram utilizadas quatro corpos de prova, que consistem em juntas coladas de tubos GFRPs de diâmetro de 16 polegadas, cortadas em ângulo de 60°. Elas foram inicialmente inspecionadas por RC e posteriormente subdivididas em porções menores de aproximadamente 100 mm x 58 mm, de forma a serem inspecionadas por RD e Micro-CT.

A figura 4 ilustra um esquema didático a respeito dos cortes realizados nos corpos de prova originais. A região evidenciada em vermelho diz respeito a junção do material que foi executada através da sobreposição das extremidades das duas partes de tubos.

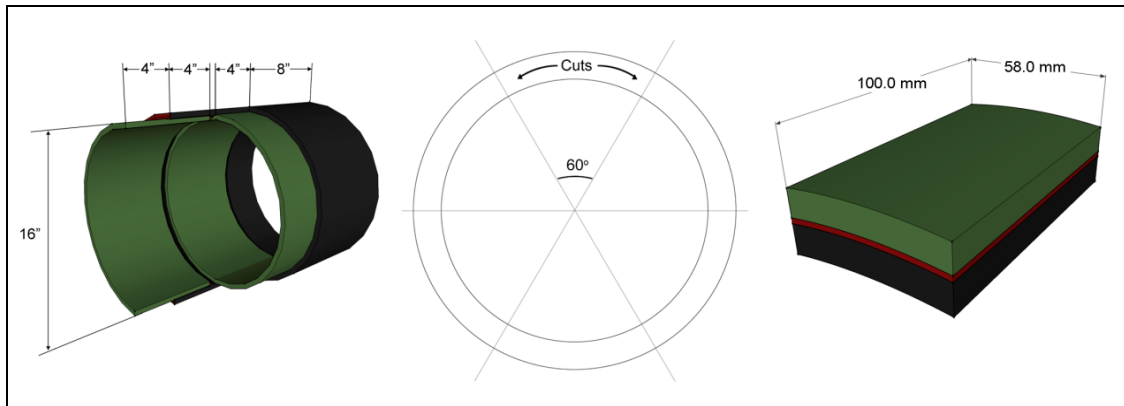


Figura 4: Dimensões e cortes dos tubos de 16 polegadas.

A figura 5 apresenta as fotografias dos corpos de prova inspecionados nesse estudo. Nota-se a evidência de uma região retangular, que diz respeito a região de interesse (ROI) que foi avaliada por RD e Micro-CT. A amostra 1-1 foi confeccionada sem a presença de defeitos, a amostra 3-1 possui falta de adesão, a amostra 7-1 simula a falta de adesivo e finalmente, a amostra 6-4 possui contaminantes em sua superfície. A falta de adesão foi simulada inserindo uma fita adesiva na superfície da junta em conjunto com a cola no momento da confecção, ao passo que na falta de adesivo uma quantidade menor de cola (aproximadamente 30 %) a que o procedimento padrão indica foi empregada além da falta de execução da sua homogeneização por toda superfície.

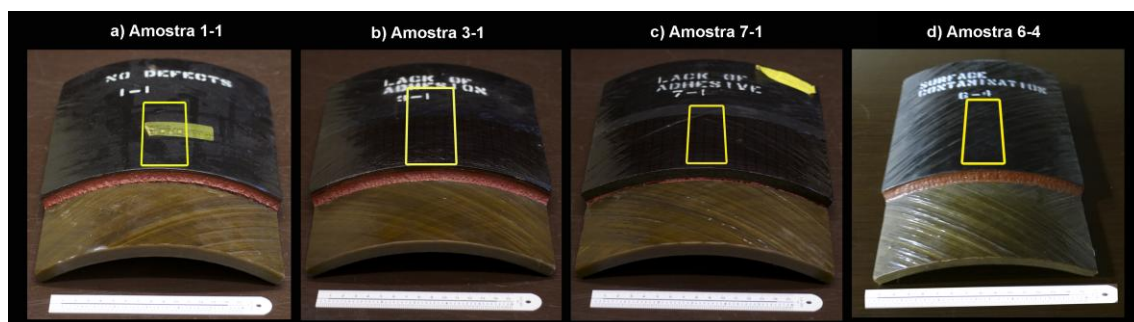


Figura 5: Fotografia das amostras GFRPs inspecionadas nesse estudo utilizando raios X: (a) Amostra 1-1 (sem defeitos incluídos em sua confecção), (b) Amostra 3-1 (falta de aderência), (c) Amostra 7-1 (falta de adesivo) e (d) Amostra 6-4 (contaminantes superfície). O retângulo evidenciado ilustra a ROI utilizada para análise em RD e Micro-CT.



A Figura 6 ilustra mais especificamente as regiões das amostras inspecionadas por RD e micro-CT.



Figura 6 – Exemplificação dos corpos de prova de GFRPs inspecionados por RD e Micro-CT.

#### 4.2. Técnicas de Imagem

As amostras foram inspecionadas utilizando três técnicas de imagem: RC, RD e Micro-CT com a finalidade de investigar a região da junta colada em diferentes situações que podem ser facilmente encontradas no trabalho de campo.

O objetivo dos ensaios de radiografia foi a avaliação de descontinuidades no adesivo polimérico empregado na união entre trechos e dutos com matriz de resina. Após essas inspeções a técnica de micro-CT foi empregada nas amostras cortadas (figura 7) com a finalidade de avaliar quantitativamente as oclusões presentes nas juntas coladas. A região de corte escolhida foi aquela que apresentou uma quantidade significativa de defeitos evidenciados anteriormente na radiografia.

A tabela 2 apresenta o resumo dos parâmetros experimentais utilizados em RC, RD e Micro-CT.

Tabela 2 – Resumo dos parâmetros experimentais utilizados nas técnicas de imagem para as amostras de GFRPs.

Parâmetros	Micro-CT	CR	DR
<b>Modelo tubo raios X</b>	L9181-02 (Hamamatsu)	CSD160	TU160-D03
<b>Técnica radiográfica</b>	-	PSVS	PSVS
<b>Tensão (kV)</b>	130	55	60
<b>Corrente (mA)</b>	0,061	3,0	3,0
<b>Tempo de Exposição (s)</b>	0,8	12,0	6,0
<b>Tamanho Focal (mm)</b>	0,05	1,0	1,0
<b>Detector</b>	CMOS Flat Panel 2240x2240 Pixels	CRTower Scanner IPC Imaging Plate	DXR 250V Flat Panel 2048 x 2048 Pixels
<b>Tamanho de pixel (µm)</b>	35,03	113,0	200,0
<b>Número de quadros</b>	5	-	10
<b>DFD (mm)</b>	364,0	1300,0	1000,0
<b>DFO (mm)</b>	258,3	1300,0	1000,0

A primeira inspeção realizada foi a RC, de forma que todo o corpo de prova (amostras inteiras) foram investigados. Os ensaios foram feitos através da técnica de Parede Simples Vista Simples (PSVS) e, para isso, foi utilizado um tubo de raios X de potencial constante, modelo CSD 160, fabricado pela *Balteau*. Esse equipamento foi parametrizado com uma tensão de 55 kV, uma corrente de 3 mA, tempo de exposição de 12 s, tamanho focal 1 mm. O scanner utilizado foi o RC Tower (modelo GE), tamanho de pixel de 113 µm e o registro foi efetuado pelo IP IPC2 (modelo GE), distância fonte-detector (DFD) igual a 1300 mm.

Na segunda etapa da inspeção foram feitas RD das amostras cortadas com dimensões de 100 mm por 58 mm aproximadamente. Esse sistema também utiliza a técnica PSVS, sendo utilizado um tubo de raios X do modelo TU160-D03 calibrado a

operar com tensão de 60 kV e uma corrente de 3 mA. O tempo de exposição utilizado para o ensaio foi de 6 s, tamanho focal também de 1 mm. Nesse caso o detector utilizado foi um *Flat Panel* (DXR 250V) com uma matriz de pixels de 2048 x 2048.

Para a análise das imagens de RC e RD foi utilizado o programa Isee!<sup>®</sup> (Aleksyuk A), que não é uma plataforma de domínio público, porém uma versão demo é disponibilizada pelo Instituto Federal de Pesquisa de Materiais e Ensaios (BAM - *Federal Institute for Materials Research and Testing*). Esse programa foi desenvolvido com a finalidade da análise de imagens radiográficas para o sistema operacional Microsoft Windows. Além de ser um visualizador de imagens possui o objetivo de analisar quantitativamente imagens de alta resolução.

A última técnica aplicada foi a de micro-CT, utilizando um sistema de alta energia (Skyscan/ Bruker, Bélgica - modelo 1173). Esse equipamento possui um tubo de raios X microfocado (tamanho focal até 5  $\mu\text{m}$ ) que pode operar até uma potência máxima de 8 W, o qual foi calibrado para operar com uma tensão de 130 kV e uma corrente de 61  $\mu\text{A}$ . Esse sistema tem opção da colocação de filtros metálicos na saída do feixe do tubo de raios X com a intenção de reduzir a contribuição de fótons de baixa energia, a fim de minimizar os efeitos de endurecimento do feixe na amostra. Para tal, no presente estudo foi utilizado 1,0 mm de espessura de alumínio. O tamanho do pixel utilizado foi de 35  $\mu\text{m}$ , fornecendo uma distância de fonte-amostra (DFO) e DFD iguais a 258,3 mm e 364,0 mm, respectivamente. Nesse ensaio, tal como na RD, foi utilizado um detector *Flat Panel* para registrar a transmissão do feixe de raios X. Em micro-CT a matriz de pixels empregada foi de 2240 x 2240 pixels. As amostras foram rotacionadas com passo de 0,50° num total de 360 ° e, em cada etapa da rotação, foram adquiridos 05 (cinco) quadros por projeção. A figura 7 apresenta as especificações do equipamento de micro-CT e a tabela 3 um resumo dos parâmetros experimentais de aquisição utilizados em micro-CT.

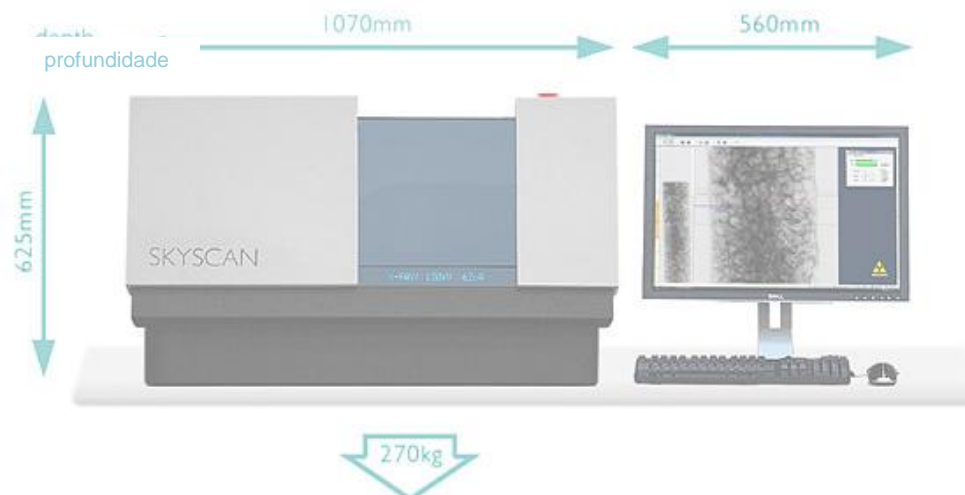


Figura 7: Sistema compacto de  $\mu$ CT SkyScan/Bruker, modelo 1173 (Manual SkyScan-Bruker).

Tabela 3: Parâmetros de aquisição micro-CT.

Parâmetros de Aquisição	
Tensão (kV)	130
Corrente ( $\mu$ A)	61
Tamanho de pixel ( $\mu$ m)	35
Passo angular (graus)	0,5 de $360^\circ$
Número de Quadros	5
Filtro Metálico	Al (1 mm de espessura)
Tempo de aquisição	48min46seg
Tamanho da matriz (pixels)	2240x2240
Número de Arquivos	720

Após a aquisição dos dados de micro-CT é necessário executar a sua reconstrução. Esse procedimento foi realizado com auxílio do programa NRecon/InstaRecon<sup>®</sup> (versão 1.6.4.1) que é baseado no algoritmo de (FELDKAMP *et al.*, 1998). Os parâmetros experimentais utilizados nessa etapa estão descritos na tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros de reconstrução micro-CT.

<b>Parâmetros de Reconstrução Amostra 1-1</b>	
Tempo de reconstrução por slice:	0,47 s
Filtro de Suavização e grau	Assimétrico, grau 2
Fator de correção para artefato em anel	12
Fator de correção para endurecimento de feixe (%)	35
Intervalo de coeficiente de atenuação ( $\text{mm}^{-1}$ )	(0,003; 0,022)
Tamanho dos arquivos	3,73 GB
Número de Arquivos	1864
<b>Parâmetros de Reconstrução Amostra 7-1</b>	
Tempo de reconstrução por slice:	0,71 s
Filtro de Suavização e grau	Assimétrico, grau 2
Fator de correção para artefato em anel	8
Fator de correção para endurecimento de feixe (%)	40
Intervalo de coeficiente de atenuação ( $\text{mm}^{-1}$ )	(0,003; 0,022)
Tamanho dos arquivos	4,00 GB
Número de Arquivos	1955
<b>Parâmetros de Reconstrução Amostra 3-1</b>	
Tempo de reconstrução por slice:	0,72s
Filtro de Suavização e grau	Assimétrico, grau 2
Fator de correção para artefato em anel	12
Fator de correção para endurecimento de feixe (%)	40
Intervalo de coeficiente de atenuação ( $\text{mm}^{-1}$ )	(0,003; 0,022)
Tamanho dos arquivos	2,78 GB
Número de Arquivos	2233
<b>Parâmetros de Reconstrução Amostra 6-4</b>	
Tempo de reconstrução por slice:	0,19 s
Filtro de Suavização e grau	Assimétrico, grau 2
Fator de correção para artefato em anel	12
Fator de correção para endurecimento de feixe (%)	35
Intervalo de coeficiente de atenuação ( $\text{mm}^{-1}$ )	(0,003; 0,022)
Tamanho dos arquivos	6,71GB
Número de Arquivos	2090

O software CTAN<sup>®</sup> (CTAN, 2012) (v.1.13.2.0) foi utilizado para efetuar os processamentos de imagens e as análises quantitativas de micro-CT. Os parâmetros quantificados na micro-CT foram o volume total do volume de interesse (VOI) (TV,  $\text{mm}^3$ ), o volume total dos objetos binarizados dentro do VOI (BV,  $\text{mm}^3$ ) e a porcentagem do VOI que é ocupada pelos objetos binarizados (Obj.V / TV, %). As quantificações foram executadas em 1864 (slices) fatias da amostra de 1-1 (fabricada

sem inserção de defeitos), 1955 da amostra 3-1 (sem adesivo), 2233 da amostra 7-1 (sem adesão) e 2090 da amostra 6-4 (com contaminação da superfície).

A ROI utilizada para a quantificação dos parâmetros geométricos foi escolhida individualmente para cada amostra, de forma que fosse contemplada apenas a região da conexão. Após a definição do ROI foi realizado um tratamento nas imagens reconstruídas para aumentar a qualidade da imagem a ser quantificada. Podem ser citadas algumas ferramentas que foram utilizadas nesse programa, tais como, a utilização de filtros morfológicos, a execução da segmentação, o emprego de operações morfológicas, tais como *despeckle* e *shrink-wrap* do ROI. Um exemplo de execução dessas funções, por exemplo *shrink-wrap* do ROI está apresentada na figura 9. Com o ROI definido e o histograma ajustado utilizou-se essa função que aglomera somente o volume de interesse, que nesse caso, é a cola adesiva da junta. Essa metodologia foi necessária para que evitasse a quantificação de todos os poros de toda a região observada. Essa função transforma a região de interesse, que antes era irregular, igual à região da cola. Como resultado de imagem tem-se a figura 8a ,b,c e d.

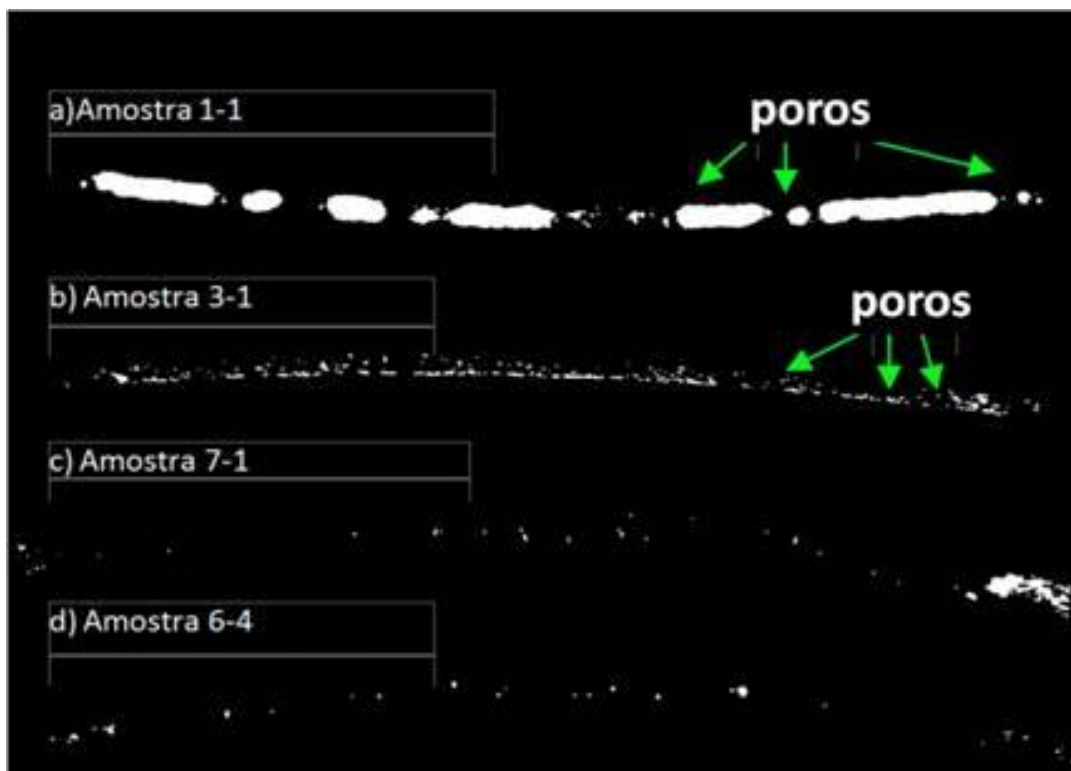


Figura 8 – Ilustração do ROI analisado na quantificação de micro-CT da região da cola para cada amostra.

Entretanto, é importante observar o histograma para a escolha do nível de limiarização (TH-*Threshold*) a fim de tornar as imagens reconstruídas em tom de cinza binárias (preto/branco). Uma boa escolha deve ser feita para não subestimar ou superestimar valores nas regiões binarizadas. Nesse estudo foi utilizado o método global para a escolha do limiar TH, em cada uma das amostras analisadas. Essa escolha foi efetuada de forma a se obter uma diferença mínima na imagem final, quando as imagens original e binárias foram comparadas.

A figura 9 mostra um exemplo do layout do CTAn<sup>®</sup> evidenciando a etapa da escolha do TH através do histograma referente a amostra 1-1. Nele é possível observar o valor escolhido de TH que, para nesse caso, valores maiores que 42 representam os *pixels* preto (cola) e valores menores que 42 vão representar os *pixels* branco (poros). A figura 10 ilustra a seção transversal da amostra 1-1 correspondente ao histograma apresentado na figura 9. É possível observar a imagem original reconstruída em tons de cinza e a imagem binarizada de acordo com o valor de TH escolhido.

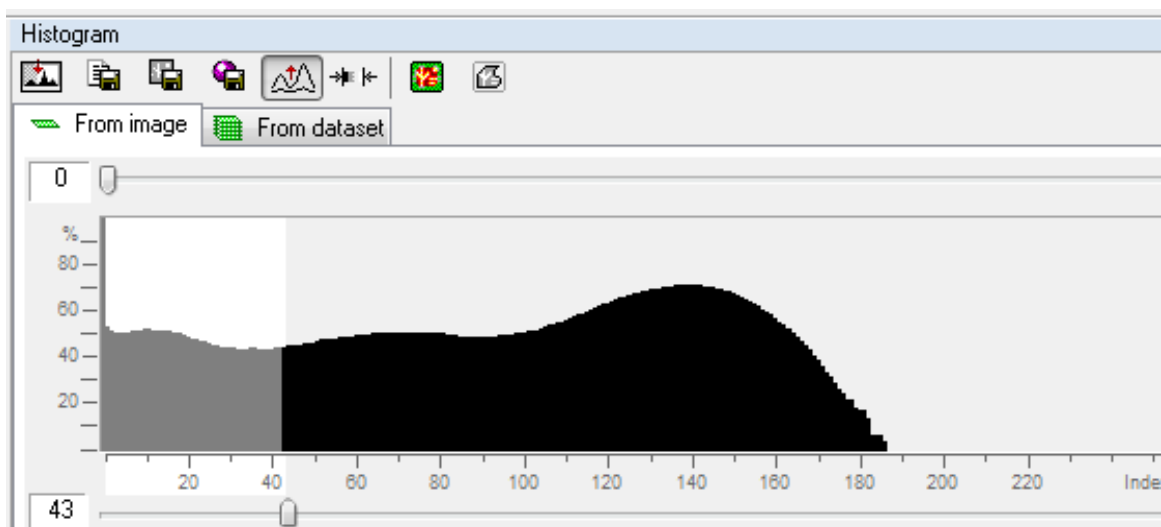


Figura 9 – Exemplo de um histograma de uma imagem transversal de Micro-CT da junta colada, em que TH=42 é o limiar escolhido para binarização da imagem.

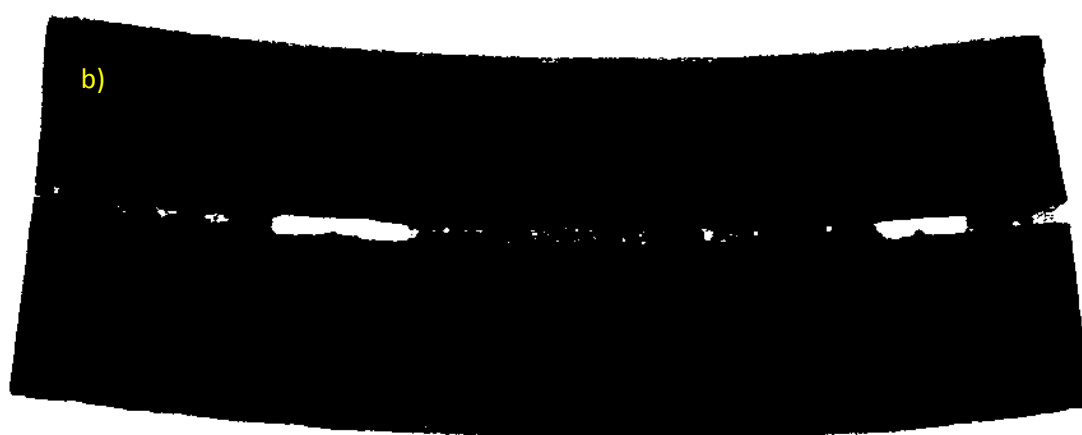
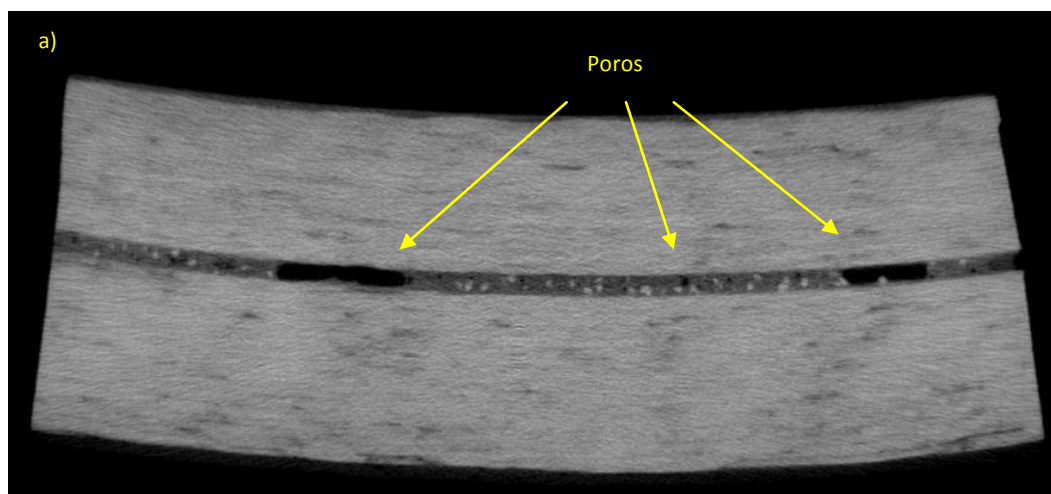


Figura 10 – Exemplo de uma imagem transversal de Micro-CT da junta colada da amostra 1-1 (a) imagem original e (b) imagem binária em que  $TH=42$  é o limiar escolhido para binarização da imagem.



# Capítulo 5

---

## Resultados

A imagem de RC da amostra 1-1 (figura 11) evidencia uma grande quantidade de oclusões, cobrindo uma área considerável da parte superior da junta. Embora essa amostra tenha sido fabricada sem defeitos, é possível observá-los em toda extensão do corpo de prova. Essa observação foi feita na amostra com 16 polegadas de diâmetro e, após a mesma efetuou-se um segundo corte com objetivo de inspecionar mais detalhadamente. A investigação do 2º corte ocorreu através da RD e da Micro-CT. Esse mesmo procedimento foi realizado para todas as outras amostras. A imagem de RD para essa mesma amostra está apresentada na figura 12.

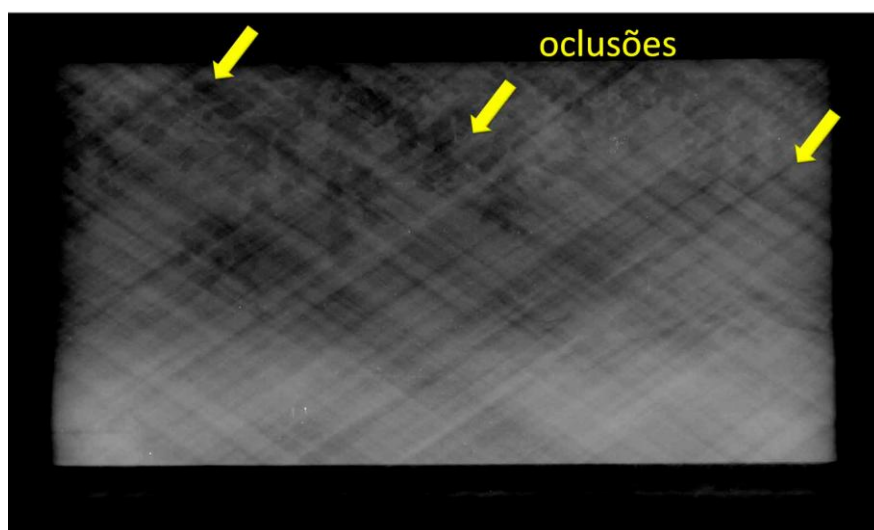


Figura 11 – Imagem de RC para a amostra 1-1.

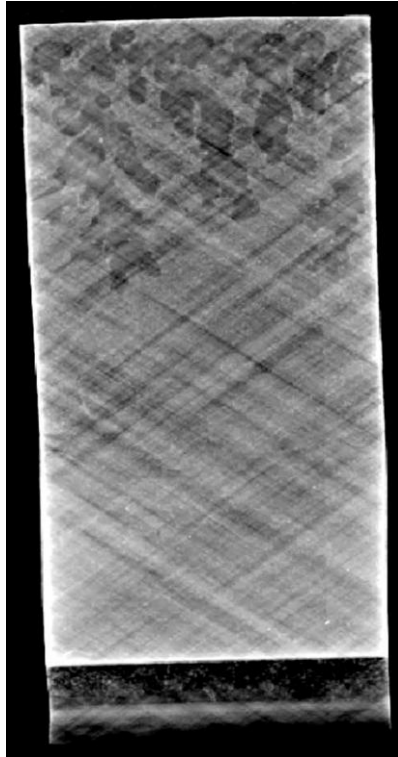


Figura 12 – Imagem de RD para a amostra 1-1 cortada (2º corte).

Verifica-se uma melhor qualidade de imagem em RD quando comparada a RC. Na RD utilizando do detector do tipo *Flat Panel* a conversão da radiação acontece de forma direta, ou seja, a energia dos raios X é convertida diretamente em sinal elétrico. A resposta em termo de imagem é mais rápida e mais nítida. Para a RC existe uma pequena desvantagem com relação a RD, pois limita-se por fatores como tamanho do foco do laser e o tamanho físico dos IPs.

Embora as técnicas de radiografia apresentadas nessa dissertação sejam prática comum na indústria de END, não é possível analisar as características volumétricas das regiões. Para tal, a micro-CT foi empregada. A figura 13 apresenta as imagens de reconstrução da amostra 1-1. É possível visualizar o plano transaxial (X-Y), o plano coronal (X-Z) e o plano sagital (Z-Y). Da mesma forma que nos resultados de RC e RD foi possível observar as oclusões presentes nessa amostra, sendo evidenciadas como espaços vazios (representados pelos *pixels* pretos).

## Amostra 1-1

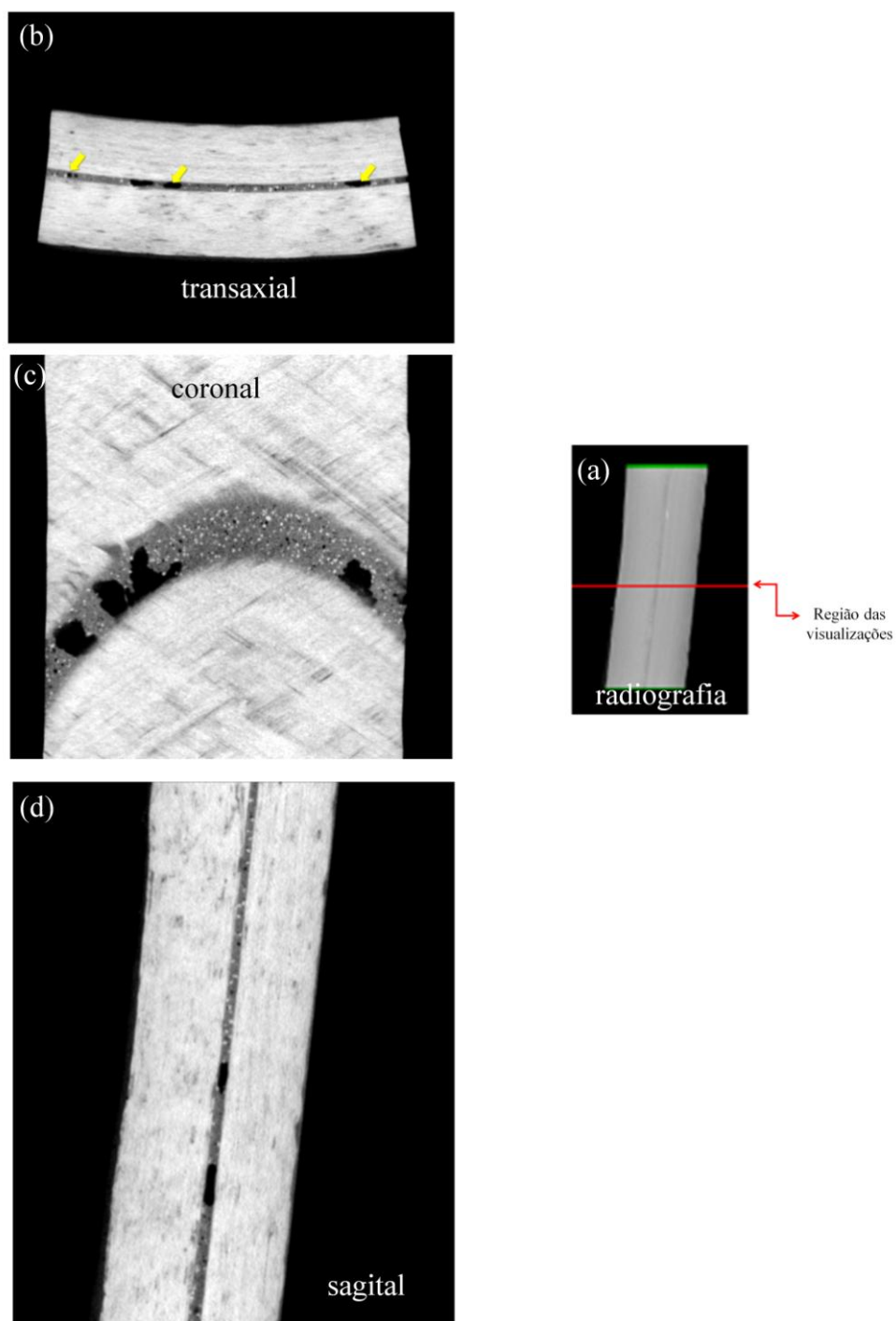


Figura 13 – Reconstruções de Micro-CT para a amostra 1-1, evidenciando os diferentes planos possíveis de serem visualizados.

A figura 14 apresenta um resumo dos resultados de imagem das três técnicas de imagem utilizadas. Através da micro-CT é possível obter a localização das oclusões na ROI investigada, que são evidenciadas pela cor vermelha.

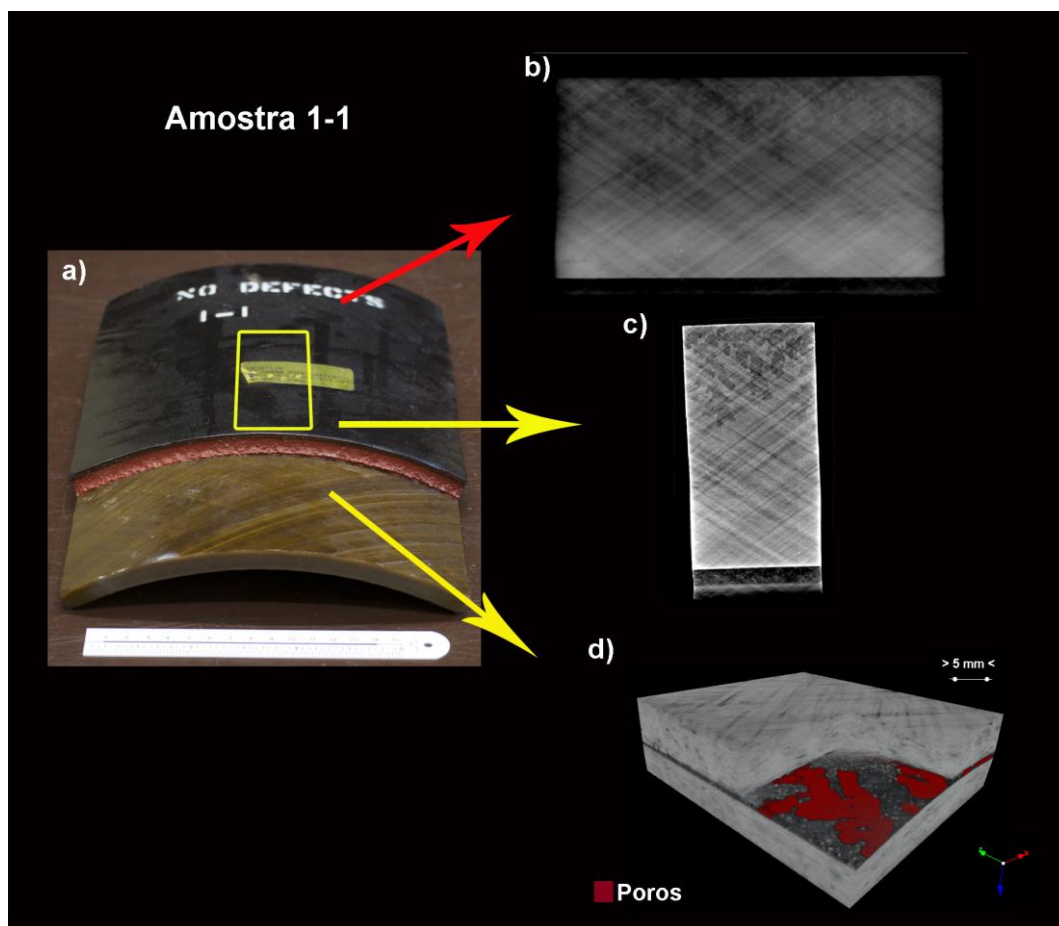


Figura 14 – Amostra 1-1: (a) fotografia evidenciando a ROI investigada, (b) RC, (c) RD e (d) Micro-CT.

Os resultados da amostra 3-1 (figura 16) mostram que apenas uma pequena região apresenta uma área de oclusões (vazios). Entretanto, através das imagens de radiografia, tanto RC quanto RD, não foi possível identificar uma nítida falta de aderência (figura 15b,c) que, no momento da fabricação foi representada através da inserção de fita adesiva na região da cola. Contudo, através da Micro-CT foi possível visualizar tal característica, representada na imagem através das setas em evidência.

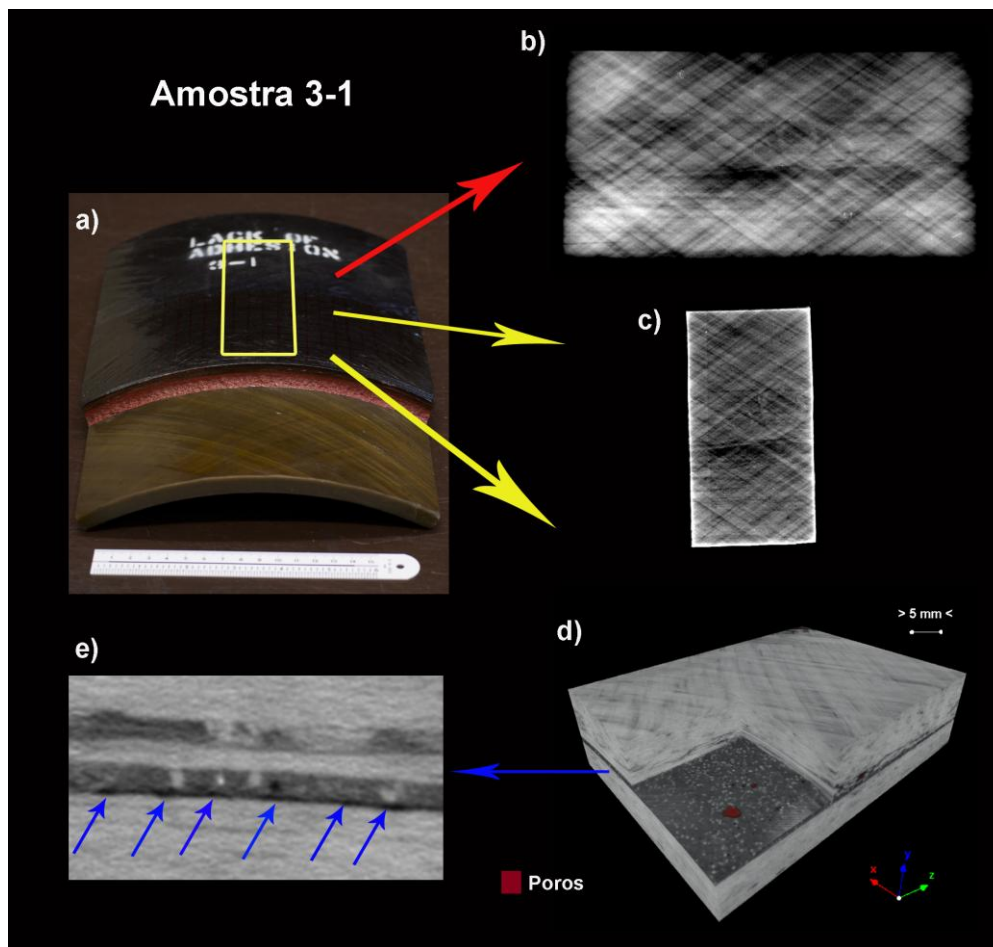


Figura 15 – Amostra 3-1: (a) fotografia evidenciando a ROI investigada, (b) RC, (c) RD, (d) Micro-CT, (e) detalhe da falta de adesão em 2D da Micro-CT

A figura 16 apresenta mais claramente as visualizações em todos os planos da ROI investigada. Nota-se a presença de oclusões circulares (regiões representadas pelos *pixels* pretos – seta amarela) tais como as encontradas na amostras 1-1. Também é possível observar um defeito bastante significativo na região próxima a da cola (representada por \*, em azul) e evidencia-se a presença da fita adesiva (o, em vermelho) na junta colada. Os resultados de Micro-CT mais uma vez se mostram superiores aos da radiografia, principalmente nesse caso, em que foi possível constatar algumas regiões horizontais de vazios na matriz do material.

### Amostra 3-1

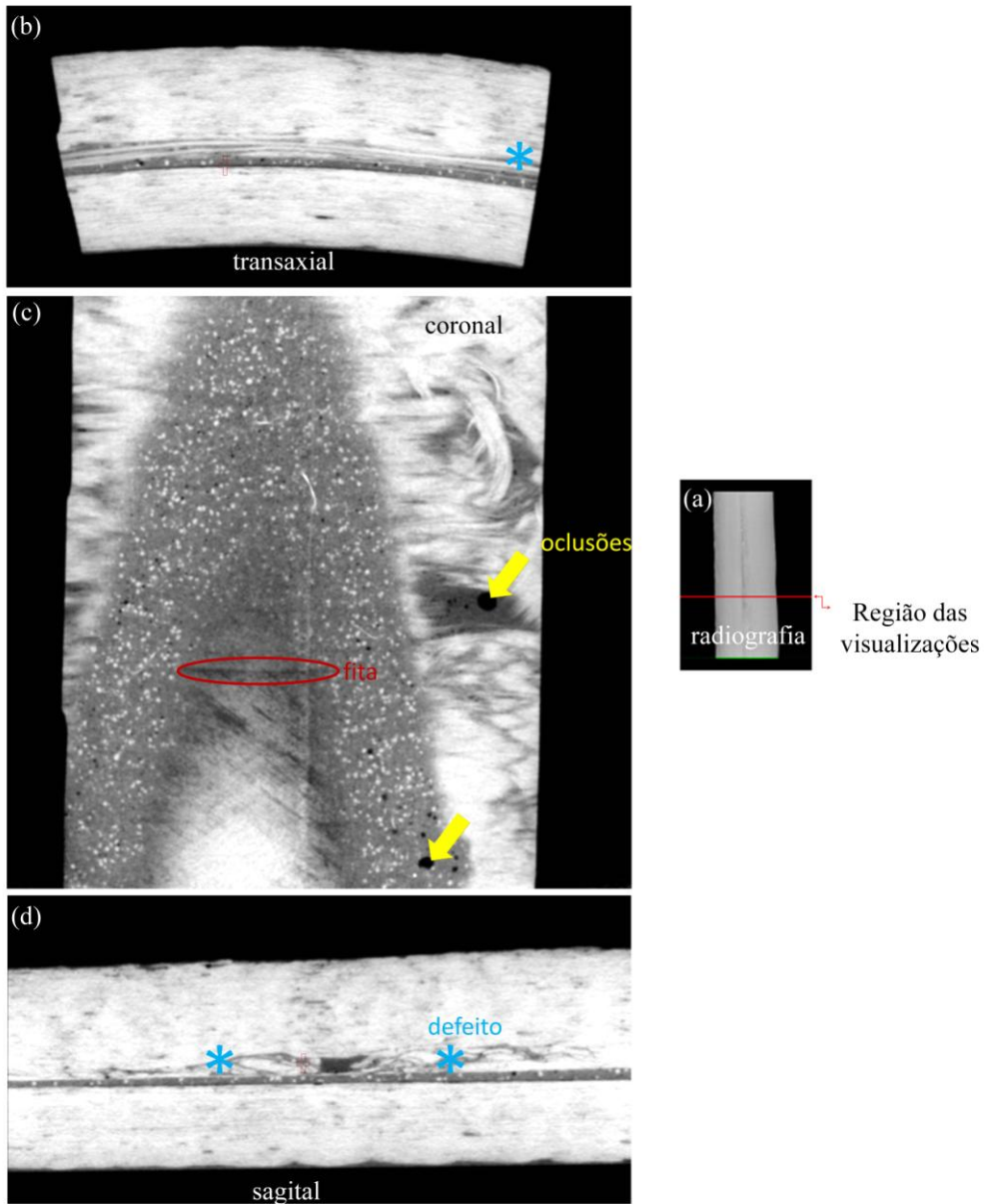


Figura 16 - Reconstruções de Micro-CT para a amostra 3-1, evidenciando os diferentes planos possíveis de serem visualizados. (→ oclusões, \* defeito, o presença da fita na junta).

A imagem da amostra 7-1 através da RC/RD (figura 17b,c) permite a visualização de vazios, bem como as apresentadas na figura 18.

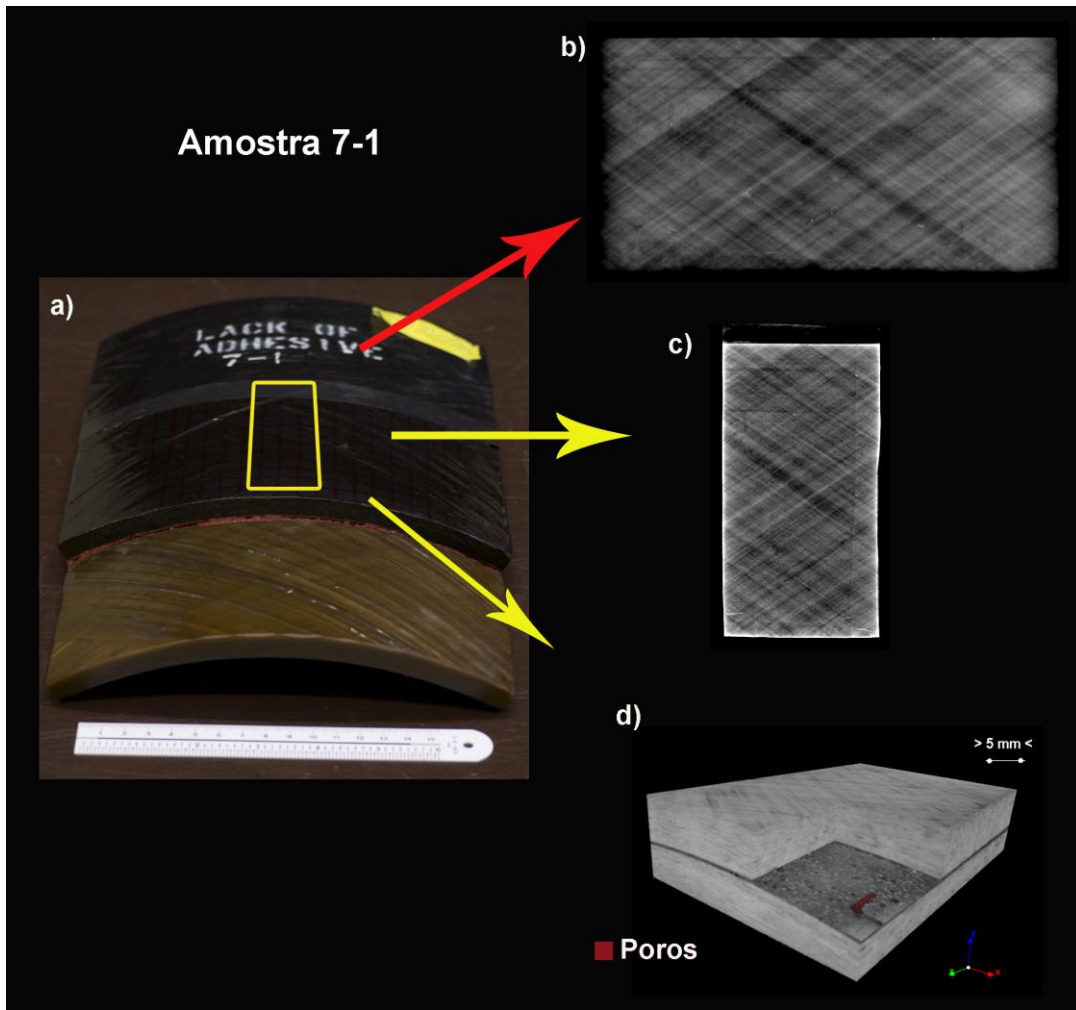


Figura 17 – Amostra 7-1: (a) fotografia evidenciando a ROI investigada, (b) RC, (c) RD e (d) Micro-CT.

A Figura 18 apresenta as visualizações de Micro-CT dos planos transaxial, coronal e sagital. É possível observar algumas oclusões na região da junta colada (representadas por setas de cor amarela).

## Amostra 7-1

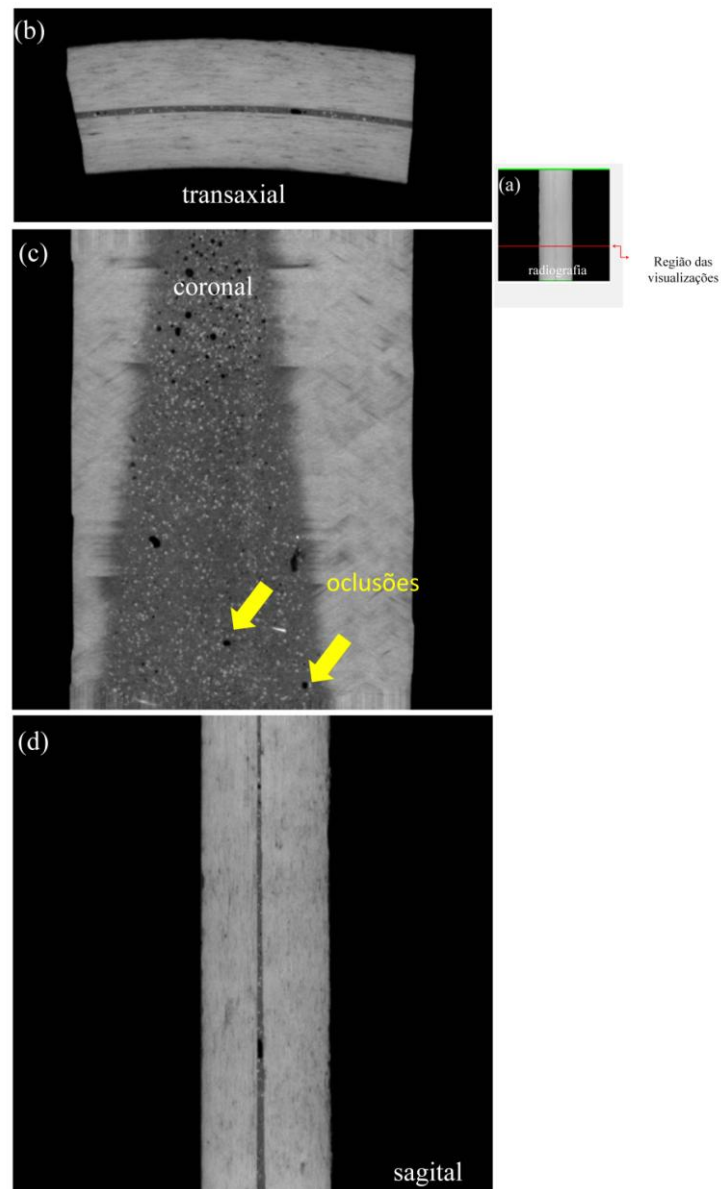


Figura 18 – Reconstruções de Micro-CT para a amostra 7-1, evidenciando as oclusões (representadas pela seta em amarelo).

A amostra 6-4 não apresentou muitas regiões de oclusões. Através da radiografia (figura 19b-c) foi possível observar alguns contaminantes presentes (visualizados em um tom de cinza próxima a região do branco), mas não se observam oclusões, com excessão da área da base (figura 19b).



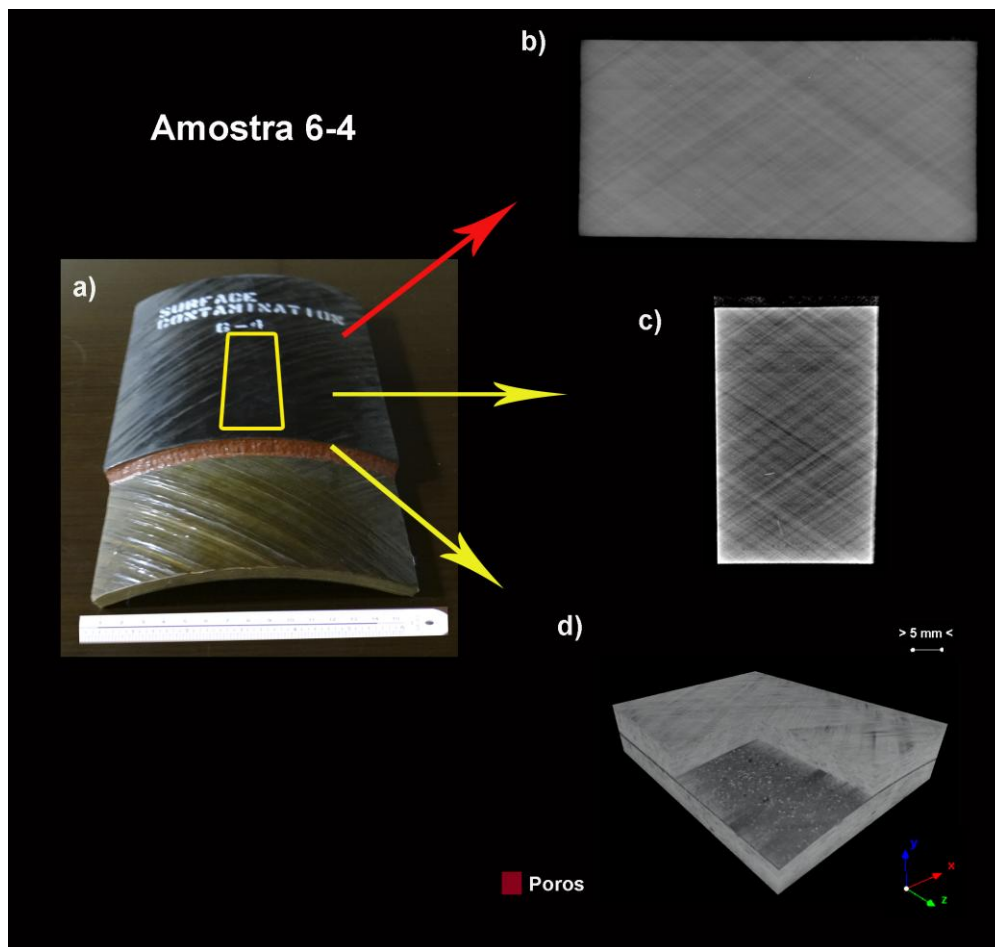


Figura 19 – Amostra 6-4: (a) fotografia evidenciando a ROI investigada, (b) RC, (c) RD e (d) Micro-CT.

A figura 20 apresenta detalhes das visualizações da amostra 6-4. É possível observar a presença de um material de alta densidade (evidenciado pelas setas brancas) na região de colagem.

As regiões representadas em 3D obtidas por Micro-CT das figuras 15, 16, 18 e 20 foram utilizadas para a avaliação quantitativa das oclusões presentes nas amostras. Seus resultados estão na tabela 5. O parâmetro TV representa o volume total que foi analisado, de acordo com a quantidade de slices utilizados. Obj.V refere ao volume total de objetos binarizados dentro do VOI. Por conseguinte, foi possível obter a

porcentagem do objeto binarizado proporcional, presente dentro do VOI (Obj.V / TV). A amostra de 1-1 apresenta um volume de oclusões igual a  $863,4 \text{ mm}^3$  o que representa aproximadamente de 20% do volume total analisado. Este resultado pode ser analisado como um grande problema na fabricação da amostras, uma vez a mesma foi confeccionada sem nenhuma interferência no processo.

## Amostra 6-4

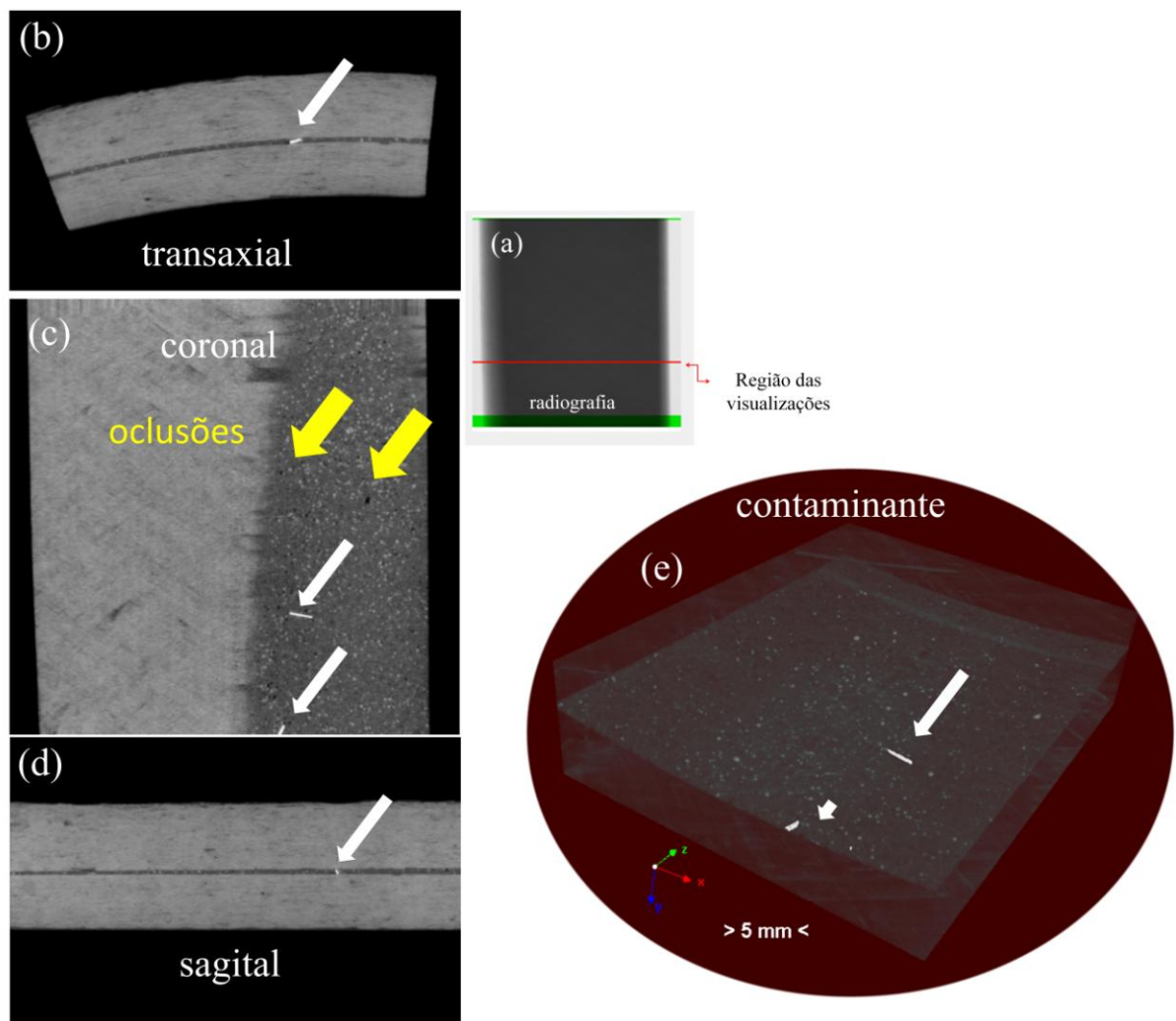


Figura 20 – Reconstruções de Micro-CT para a amostra 6-4, evidenciando as oclusões (representadas pela seta em amarelo) e o material de alta densidade (representados pelas setas em branco).

Tabela 5: Resultados da avaliação Micro-CT 3D para as oclusões.

PARÂMETROS	AMOSTRAS			
	1-1	3-1	7-1	6-4
<i>Slices</i>	1864	1955	2233	2090
<b>TV (mm<sup>3</sup>)</b>	4297,1	3565,2	3870,1	7450,0
<b>Obj.V (mm<sup>3</sup>)</b>	863,4	83,7	52,4	46,5
<b>Obj.V/TV (%)</b>	20,1	2,4	1,4	0,6

A figura 21 apresenta as visualizações obtidas a partir do VOI segmentado para cada amostra. A cor vermelha representa as oclusões (poros) quantificadas, ao passo que a cola está representada pela cor verde. Nesse caso a matriz está sendo apresentada de forma transparente para que seja possível uma melhor visualização das estruturas internas.

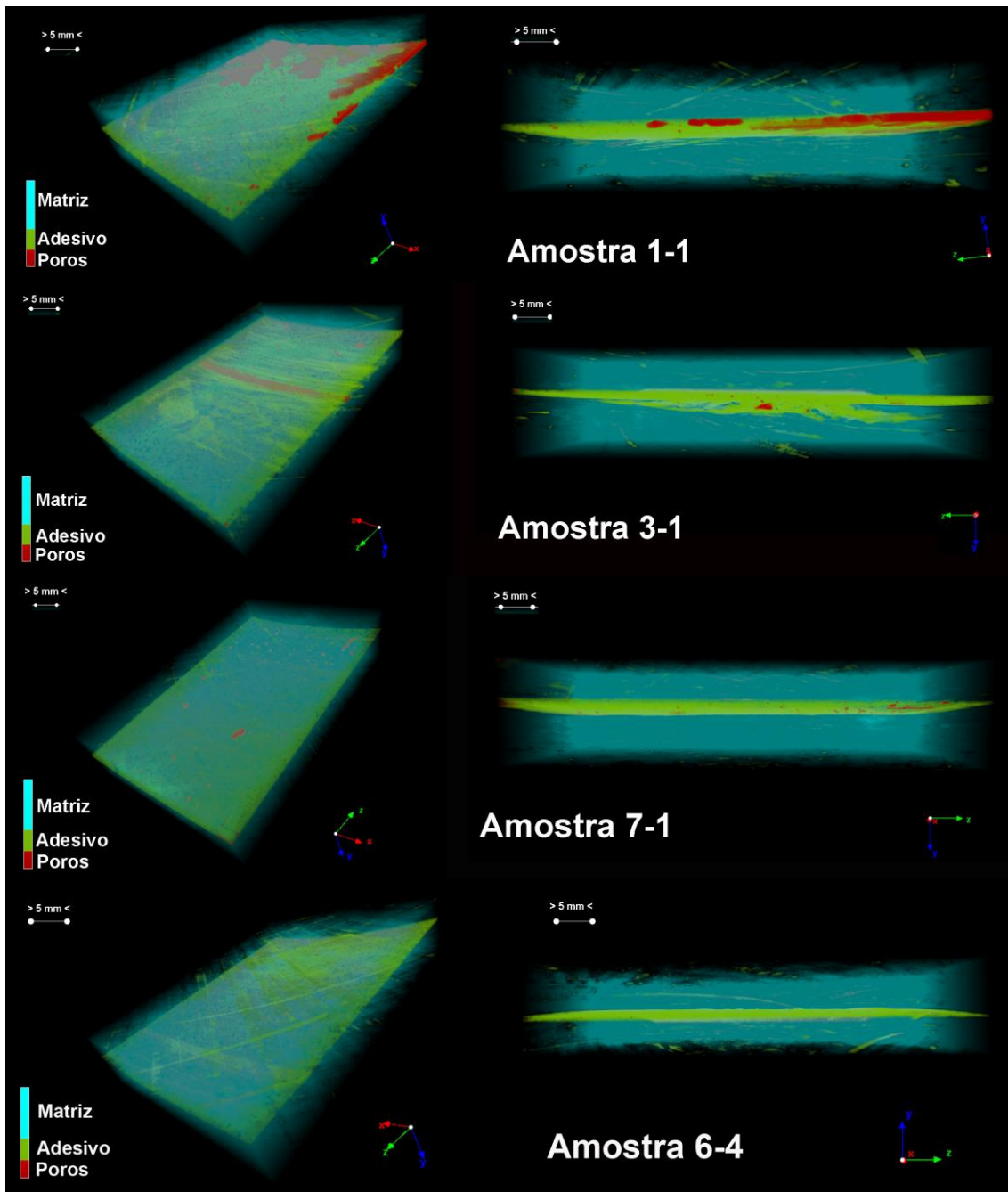


Figura 21 – Imagem 3D do VOI quantificado por Micro-CT evidenciando a região das oclusões (vermelho), a matriz do material (azul) e a cola (verde).

A determinação da distribuição do diâmetro dessas oclusões também foi avaliada e seus resultados se encontram na figura 22.

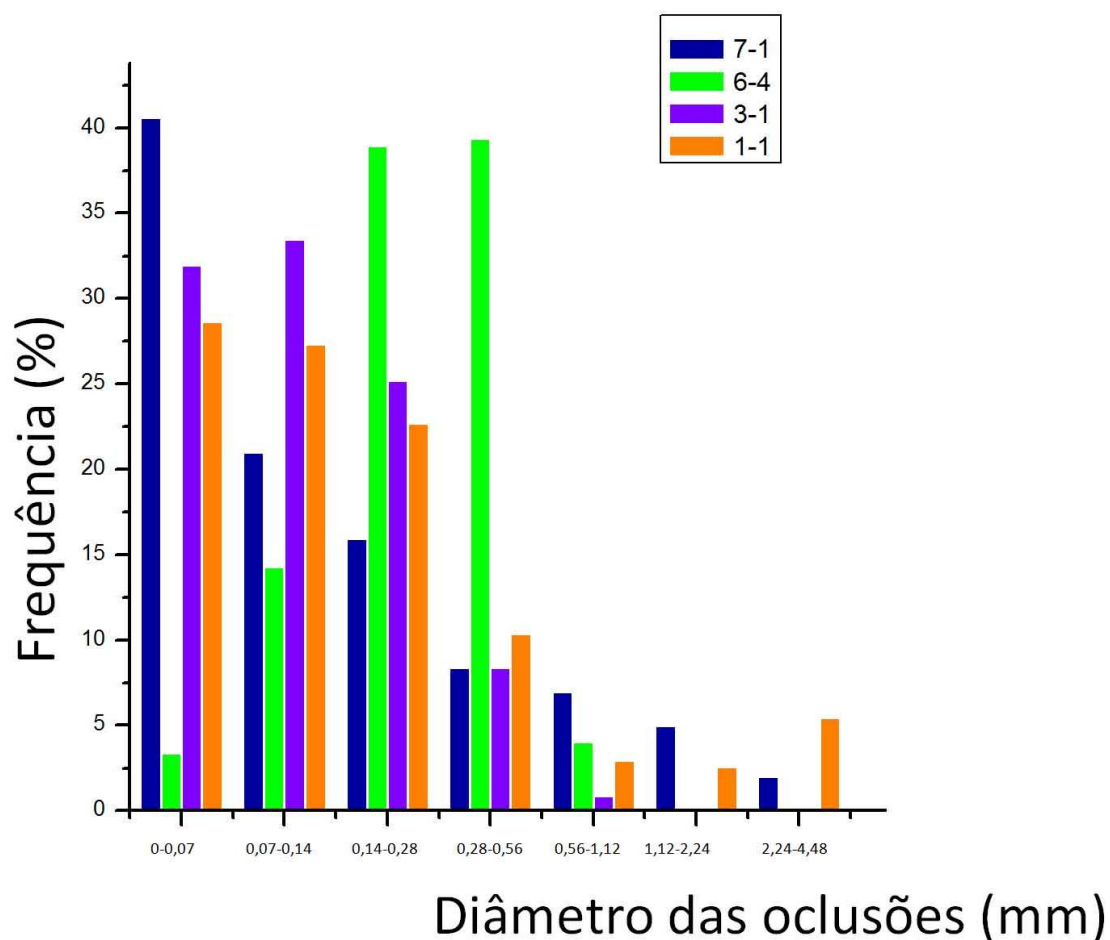


Figura 22 – Histograma do diâmetro das oclusões existentes nas conexões das juntas coladas obtido através de Micro-CT.

A Amostra 7-1, que simula a falta de adesivo, apresentou uma maior frequência de ocorrência de oclusões com tamanhos até 0,07 mm, o que pode ser atribuído a menor quantidade de cola existente. Entretanto a amostra 1-1 (teoricamente sem defeitos) apresentou maior porosidade total que a amostra 3-1 (falta de adesão no processo de junção dos materiais), sugerindo diferença de qualidade no processo de fabricação dos corpos de prova. O aumento significativo na magnitude do diâmetro

das oclusões pode indicar uma descontinuidade no processo de adesão. Testes de juntas coladas mostraram que quando os materiais compósitos são submetidos a tensão exibem uma falha prematura de vazios (CHAI,1986). Estes vazios aparecem devido ao aprisionamento de ar durante a mistura e / ou aplicação, que muitas vezes produz micro-espacos no processo no adesivo, influenciando a resistência das juntas coladas (KATNAM, 2011). Essas observações estão de acordo com os resultados obtidos através das técnicas de imagem utilizadas nessa dissertação. É facilmente notado que todas as amostras apresentam oclusões em suas conexões. A amostra 6-4 (contaminates superficie) apresentou uma distribuição de vazios de tamanhos diversos e superiores ao intervalo compreendido entre 0,28 mm e 0,56 mm. Essa magnitude numa alta frequencia pode influenciar o descolamento da junta e sua resistência, sendo interessante a complementação de outros estudos para uma avaliação mais detalhada.

Na grande parte das situações de fabricação desses corpos de prova, o adesivo é composto por um material que é diferente das partes aderentes da união. Por conseguinte, as propriedades químicas diferem das propriedades mecânicas e as propriedades comuns resultantes são altamente influenciadas por essa combinação (ADAMS, 2005).

A resolução espacial empregada nesse estudo foi igual a 70  $\mu\text{m}$ , ou seja, não é possível identificar objetos com dimensões menores que este valor. Os *pixels* pretos visualizados dentro da cola, ou seja, as oclusões, foram denominados de poros. Entretanto, eles podem representar também a falta de adesão da cola, pois a diferença de contraste não é suficiente para a separação dessas duas características, através desses resultados de Micro-CT. Isso ocorre porque o coeficiente de atenuação da fita é muito próximo da cola e da região de vazios, fazendo com que no processo de segmentação, não seja totalmente eficaz.

# Capítulo 6

---

## Conclusão

As técnicas de imagem de radiografia computadorizada, digital e microtomografia foram adequadas para inspecionar as junções existentes em amostras de juntas coladas reforçadas com fibra de vidro.

A falta de adesão, o qual consiste em pouca ou nenhuma adesão entre as paredes do tubo e o adesivo, pode ser confirmada através dos modelos 3D de micro-CT. Entretanto, o espaço entre a camada adesiva e a parede do tubo não foi visível nas radiografias de juntas, mesmo em amostras fabricadas com a quantidade correta de adesivo. Isso porque as camadas foram sobrepostas na imagem.

A grande diferença entre as técnicas de radiografia e de Micro-CT está relacionada a possibilidade de avaliação quantitativa 3D da última técnica referida. Por outro lado, a micro-CT requer um refinamento de operação para esse tipo de avaliação o que muitas das vezes leva ao fato dessa técnica não poder ser empregada em tempo real na inspeção em campo de END.

# Capítulo 7

---

## Referências Bibliográficas

ADAMS, R.D., **Adhesive bonding, Science, Technology and Applications**. 2 ed. Cambridge, Woodhead-CRC, 2005.

AMERON, **Glassfiber Reinforced Epoxy (GRE) pipe systems formarine service**, Product Guide, FP 845A 06/08, 2008

ASTROM, B.T., **Manufacturing of Polymer Composites**, 1 ed. Londres, Chapman & Hall, 1997.

BALDAN, A. "Adhesion phenomena in bonded joints", **Adhesion & Adhesives** v. 38, pp. 95-116, 2012.

CALLISTER, W.D.JR., **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**, 5 ed. Rio de Janeiro, LTC, 2002.

CARMIGNATO, S. "Computed tomography as a promising solution for industrial quality control and inspection of castings", **Metallurgical Science and Technology** v.30, n.1, pp.5-14, 2012.

CHAI, H. "On the correlation between the Mode I failure of adhesive joints and laminated composites", **Engineering Fracture Mechanics** v. 24, n. 3, pp. 41-43, 1986.

CRUPI, V., EPASTO, G., GUGLIELMINO, E. "Computed Tomography analysis of damage in composites subjected to impact loading", **Frattura ed Integrità Strutturale** v.17, pp. 32-41, 2011.

CTAnalyser, The user's guide, Skyscan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium, 2012.

DANCETTE, S., FABRÈGUE, D., MASSARDIER, V., MERLIN, J., DUPUY, T., BOUZEKRI, M. "Experimental and modeling investigation of the failure resistance of



Advanced High Strength Steels spot welds”, **Engineering Fracture Mechanics** v. 78, pp. 2259-2272, 2011.

Di BELLA, G., GALTIERI, G., POLLICINO, E., BORSELLINO, C. “Mechanical characterization of adhesive joints with dissimilar substrates for marine applications”, **International Journal of Adhesion and Adhesives** v. 41, pp. 33-40, 2013.

DUNSMUIR, J.H., FERGUSON, S. R., D’Amico, K. L., STOKES, J. P. “X ray Microtomography: A New Tool for the Characterization of Porous Media”. In: Proceedings of the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, pp. 424-430, Texas, 1991.

FELDKAMP, L. A., DAVIS, L. C. and KRESS, J. W. “Practical cone beam algorithm”, **J Opt Soc Am A**, v. 1, n. 6, pp. 612–619, 1984

FERRIE, E., BUFFIÈRE, JY., LUDWIG, W., GRAVOUIL, A., EDWARDS, L. “Fatigue crack propagation: In situ visualization using X-ray microtomography and 3D simulation using the extended finite element method”, **Acta Materialia** v. 54, pp. 1111–1122, 2006.

FORSBERG, F., 2008, **X-ray Microtomography and Digital Volume Correlation for Internal Deformation and Strain Analysis**. Doctoral thesis. Lulea University of Technology Department of Applied Physics and Mechanical Engineering Division of Experimental Mechanics.

GARCIA, F. G., LEYVA, M. E., QUEIROZ, A. A. A. de, SIMÕES, A. Z. “Durability of adhesives based on different epoxy/aliphatic amine network”, **International Journal of Adhesion and Adhesives** v. 31, n. 4, pp. 177-181, 2011.

GIBSON, R. F., **Principles of Composites Material Mechanics**, 1 ed. New York, Mc Graw Hill, 1994.

GOMES, O. F. M., 2001, **Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais**. Dissertação de M.Sc. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

JUNGMANN M, P. H. "Segmentation of thin section images for grain size analysis using region competition and edge-weighted region merging", **Computers and Geosciences** v. 72, pp. 33-48, 2014.

KATNAM, K. B., STEVENSON, J. P. J., STANLEY, W. F., BUGGY, M., YOUNG, T.M. "Tensile strength of two-part epoxy paste adhesives: Influence of mixing technique and micro-void formation", **International Journal of Adhesion & Adhesives** v. 31, pp. 666–673, 2011.

KAW, A. K., **Mechanics of Composite Materials**, 2 ed. New York, CRC-Taylor & Francis, 2006.

LANÇA, L., SILVA, A. "Digital radiography detectors - A technical overview: Part 1", **Radiography** v. 15, pp. 58-62, 2009.

LEES, J.M. "Behavior of GFRP adhesive pipe joints subjected to pressure and axial loadings", **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing** v. 37, n. 8, pp. 1171-1179, 2006.

LIMA, I., OLIVEIRA, D.F., MOREIRA, E.V., CHAD, L.C., PONCIANO, M., MANÃO, R., LOPES, R.T. "Investigation of weld cracks by Microfocus tomography". In: Proceeding of 12th IMEKO TC10 Workshop on Technical Diagnostics, New Perspectives in Measurements, Tools and Techniques for Industrial Applications, pp. 149-153, Florence, 2013.

LIMA, I.C.B., 2006, **Caracterização de Estruturas Internas Ósseas Através das Técnicas de Microtomografia Computadorizada Tridimensional e Fluorescência de Raios X**, Tese\* de DSc, COPPE/UFRJ , Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

LORENZONI, F.C., BONFANTE, E.B.A, BONFANTE, G., M. MARTINS, L.M., WITEK, L., SILVA, N.R.F.A. "MicroCT Analysis of a Retrieved Root Restored with a Bonded Fiber-Reinforced Composite Dowel: A Pilot Study", **Journal of Prosthodontics** v. 22, pp. 478–483 , 2013

MACHADO, A.S., OLIVEIRA, D.F., SILVA, A.S.S., NASCIMENTO, J.R., LOPES, R.T., "Estudo Comparativo da Radiografia Convencional e Computadorizada para Análise de

Ligas Metálicas”, **11ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos - COTEQ**, Porto de Galinhas, Pernambuco, Brasil, 2011.

MACHADO, A.C., MACHADO, A.S., LOPES, R.T., LIMA, I., “Application of Morphological Operations in the X Ray Microtomography Measurements”, **International Nuclear Atlantic Conference-INAC**, ISBN 978-85-99141-05-2, Recife, PE, Brazil, November 24-29, 2013.

MARQUES FILHO, OGÊ; VIEIRA NETO, HUGO, **Processamento Digital de Imagens**, Rio de Janeiro, Brasport, ISBN 8574520098, 1999.

MAZUR, S., “Flexible Storage Phosphor Plate Versus Film-Based Technology for Erosion/Corrosion Profiling”, **AICHE Spring National Meeting**, Orlando/USA, April/2006.

NEUBAUER, C. “Intelligent x-ray inspection for quality control of solder joints”, **IEEE Part. C** v. 20, n. 2, 1997.

NRecon, SkyScan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium, 2011.

OLIVEIRA, D.F., SOARES, S.D., LOPES, R.T. “Inspection of Composite Pipelines using Computed Radiography”, **5th Pan American Conference for NDT**, Cancun, México, 2-6 October 2011.

OLIVEIRA, D.F., 2010, **Desenvolvimento de Sistema de Inspeção Por Técnicas Radiográficas na Análise de Perda de Adesão em Dutos Compósitos**, Tese \* de DSc , COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

OLIVEIRA, M.F.S., LIMA, I., FERRUCIO, P.L., ABREU, C.J., BORGHI, L. and LOPES, R.T. Petrophysical analysis of limestone rocks by nuclear logging and 3D high-resolution X-ray computed microtomography, **Nuclear Instruments & Methods in Physics Research A** v. 652, pp. 905-910, 2011.

PINCU, R., “Digital Radiography and its Advantages in Field NDT Inspections Today”, **17th World Conference on Nondestructive Testing**, Changai, China, 25-28 Oct 2008.

PILATO, L. A., MICHINO, M. J., **Advanced Composite Materials**, New York, Springer-Verlag, 1994.

PRICE, J.C., “The ‘State of the Art’ in Composite Material Development and Applications for the Oil and Gas Industry”. **Proceedings of The Twelfth International Offshore and Polar Engineering Conference**, Kitakyushu, Japan, May/2002.

REIMERS, P., GILBOY, W.B., GOEBBELS, J., “Recent developments in the industrial application of computerized tomography with ionizing radiation”, **NDT International** v.17, pp 197–207, 1984.

REYNOLDS, W.N., “Nondestructive Testing (NDT) of Fibre-Reinforced Composite”, **Materials & Design**, v.5, n°6, Dec-Jan 1985.

SALVO, L., CLOETENS, P., MAIRE, E., ZABLER, S., BLANDIN, J.J., BUFFIERE, J.Y., LUDWIG, W., BOLLER, E., BELLET, D., JOSSEROND, C. “X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science”, **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B** v. 200, pp. 273-286, 2003.

SCHILLING, P.J., KAREDLA, B.P.R., TATIPARTHI, A.K., VERGES, M.A., HERRINGTON, P.D. “X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites”, **Composites Science and Technology** v. 65, pp. 2071–2078, 2005.

SILVA, A.S.S., OLIVEIRA, D.F., MACHADO, A.S, NASCIMENTO, J.R., LOPES, R.T. “An evaluation of imaging plate characteristics that determine image quality in computed radiography”, **Materials Evaluation** v. 72, pp. 392-397, 2014.

STOCK, S.R., **Microcomputed tomography, methodology and applications**, Boca Raton, EUA, CRC Press, pp. 145–170, 2008.

STRINGFELLOW, W. D., “Fiberglass Pipe Handbook”, **Fiberglass Pipe Institute**, New York, 1992.

TAKAHASHI, K. “Progress in science and technology on photostimulable BaFX:Eu<sup>+2</sup> (X=Cl, Br, I) and imaging plates”, **Journal of Luminescence** v. 100, pp. 307-315, 2002.

VARMA, I. K. e GUPTA, V. B. "Thermosetting Resin -Properties", **Comprehensive Composite Materials** v. 2, pp. 1-56, 2000.

# Apêndice

---

Nessa seção será apresentado o corpo do artigo que foi submetido a publicação em periódico indexado. Até o presente momento o manuscrito foi aceito com menores revisões na revista NIM B.

## **X-Ray Imaging Inspection of Fiberglass Reinforced By Epoxy Composite**

A. M. Rique<sup>a</sup>, A. C. Machado<sup>a</sup>, D. F. Oliveira<sup>a,b</sup>, R. T. Lopes<sup>a</sup>, I. Lima<sup>a,1</sup>

<sup>a</sup> Nuclear Instrumentation Laboratory, PEN/COPPE, Federal University of Rio de Janeiro, Brazil; RJ, Brazil

<sup>b</sup> Physics Institute, State University of Rio de Janeiro, Brazil.

### **Abstract**

The goal of this work was to study the voids presented in bonded joints in order to minimize failures due to low adhesion of the joints in the industry field. One of the main parameters to be characterized is the porosity of the glue, since these pores are formed by several reasons in the moment of its adhesion, which are formed by composite of epoxy resin reinforced by fiberglass. For such purpose, it was used high energy X-ray microtomography and the results show its potential effective in recognizing and quantifying directly in 3D all the occlusions regions presented at glass fiber-epoxy adhesive joints.

**Keywords:** X-ray, radiography, microtomography, bonded joint, fiberglass, epoxy.

---

<sup>1</sup> Corresponding author at Instrumentation Laboratory, PEN/COPPE, Federal University of Rio de Janeiro, Brazil; P.O.Box.: 68.509, Zip Code: 21941.972, Rio de Janeiro – RJ, Brazil. Tel.: + 55 21 3938-7308, Fax: + 55 21 2562-8444, e-mail: [inaya@lin.ufrj.br](mailto:inaya@lin.ufrj.br) (I.Lima)

## 1. Introduction

Much of the existing pipeline infrastructure is constructed from steel. Steel is strong, mechanically robust and relatively inexpensive. However, large sums of money are spent in order to reduce the exposure of steel pipelines to corrosive environments. One way to overcome this problem is to use a material with good corrosion resistance, such as glass fiber reinforced polymers (GFRPs), instead of steel. GFRPs represent an attractive alternative for pipelines subjected to severe internal or external environments in onshore or offshore applications [1].

The connections between the various parts of the ducts are made by quick lock bounded joints. In ship construction the need to join different materials, such as the bonding of the hull/deck, the sea chest, the portholes, the windshields, the panels of cabins, etc. leads to choosing increasingly the adhesive joints [2].

Adhesive joining is defined as the process of joining parts using a non-metallic substance (adhesive), which undergoes a physical or chemical hardening reaction causing the parts to join together through surface adherence (adhesion) and internal strength (cohesion). The significance of adhesive bonding as structure-joining technology is increasing because of its numerous advantages with other joining methods [3].

The defects which are most often found in Glass Reinforced Epoxy (GRE) pipe systems are lack of adhesive, disbonding and delaminations in bonded joints, which can only be detected through hydrostatic testing or in operational conditions due to induced vibrations. Most of the service failures in composite materials systems are due to mistakes made during the assembly stage [1-4].

When the adhesive comes apart or loses its adhesion power, pressure loss on the lines can occur, as well as oil leaks or oil contamination, which can result in productivity losses, environmental damages and even lethal accidents. Due to those reasons, there is an urge for inspection methods capable of assessing both the integrity and the quality of the adhesives used in such joints. Due to the difficulties and the high costs implied in interrupting commercial production processes, it is often required that non-destructive methods are employed for joint evaluation [1-4].

Currently, several non-destructive tests are used in order to inspect bonded joints, however fewer are detached in the characterization of the composite materials.

Kissing bond, as well as, micro voids and cracks are very difficult to be detected and identified using common non-destructive evaluation. Therefore, the purpose of this paper is to develop inspection methodologies through digital imaging techniques capable of identifying and quantifying defects in bonded joints. For such purpose, high energy X-ray Microtomography and Computed and Digital radiographies were used.

A Computed Radiography (CR) system consists of a computer unit, CR scanner and phosphor imaging plate (IP). An imaging plate is a 2D ionizing radiation detector that utilizes photostimulable  $\text{BaFX:Eu}^{2+}$  ( $X = \text{Cl; Br, I}$ ) in which, after radiographic exposure, latent image is formed. The process that allows images to be acquired by such plates is called photostimulated luminescence (PSL) [4]. When scanning preexposed IP in CR scanner, the latent image is transformed into a radiographic image by a red laser beam ( $\lambda = 680 \text{ nm}$ ), which is used to stimulate the phosphor particles, causing them to release the energy stored within them and convert it into visible light; this is PSL. The intensity of the PSL is directly proportional to the amount of X-ray photons absorbed by the storage phosphor. Such visible photons are collected by a light guide and transferred to the photomultiplier tube, where they are transformed into an electronic signal, which is amplified and forwarded to an analog-to-digital converter. As a result, the digital signals (expressed in pixels) form a radiographic image [5].

Digital radiography (DR) flat-panel systems with integrated readout mechanisms were introduced in the market at the end of the 1990s. Flat-panel systems, also known as large area X-ray detectors, integrate an X-ray sensitive layer and an electronic readable system based on TFT arrays. Detectors using a scintillator layer and a light-sensitive TFT photodiode are called indirect conversion TFT detectors. This electronic readable system allows an active readout process which is called active matrix readout [6].

TFT arrays are typically deposited onto a glass substrate in multiple layers, with readout electronics at the lowest level, and charge collector arrays at higher levels. Depending on the type of detector being manufactured, charge collection electrodes or light sensing elements are deposited at the top layer of this “electronic sandwich” [6].

Large area indirect conversion systems use scintillators such as cesium iodide (CsI) or gadolinium oxysulphide ( $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}$ ) as an X-ray detector. When the scintillator layer is exposed to X-rays the beam is absorbed and converted into fluorescent light



[7]. The fluorescent light emitted during the x-ray exposure illuminates the photo-diode array freeing charge carriers (electrons or positively charged holes according to the design). The quantity of charge carriers accumulating at each pixel is proportional to the fluency of x-ray photons absorbed at that location [8].

Indirect conversion detectors are constructed by adding an a-Si photodiode circuitry and a scintillator as the top layers of the TFT sandwich. The active area of the detector is divided into an integrated array of image elements and each element contains a photodiode and a TFT switch available for the readout process [6]. The output signal is then amplified prior to digitization and transfer to the system computer [8].

X-ray radiography inspection is commonly in the field. It is a versatile, speed and economy for any kind of application. However, computed tomography (CT) is required when becomes important the knowledge of 3D measurements are needed. CT is slow compared with CR/DR, on the other hand offers better accuracy and it is suited for off-line inspections [9].

It was shown that CT is a non-destructive technique that can be used in order to obtain 3D information of materials [10]. This technique is very helpful in material science since relationships between macroscopic properties and material microstructures are often necessary. In this sense, high resolution X-ray 3D computed microtomography (microCT) and CR/DR can be as a non invasive technology and open up a variety of applications.

MicroCT can be used to reconstruct interior structural details with a resolution on a scale of interest for such evaluation [11]. It is a powerful technique used to visualize and characterize the internal structure of objects. It is a non-destructive method that produces images of the internal structure of an object which does not need to be previously modified, i.e., the object inspected does not need to be subjected to a preparation method such as impregnation, thinning or polishing [12]. In this technique, contiguous sequential images are compiled in order to create 3D representations that are digitally processed to obtain relevant quantitative geometric and/or morphologic parameters, depending on the focus of the investigation [13]. The great advantage of microCT is that quantitative information, such as, volume, size, shape, distribution and anisotropy of bonded joints can be obtained through the entire 3D volume of the specimens. In this context, the evaluation of epoxy fiber-glass microstructure of the

adhesive joints can be made via microCT in order to obtain a 3D interpretation.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Samples

The tests were carried out with three test samples, which consist in bonded joints of 16-inch diameter pipes cut at an angle of 60°. They were firstly inspected by CR and after that they were cut in pieces of approximately 100 x 58 mm in order to be inspected with DR and microCT. Fig. 1 shows the cuts performed in test samples, while Fig. 2 displays the test samples used in this work.

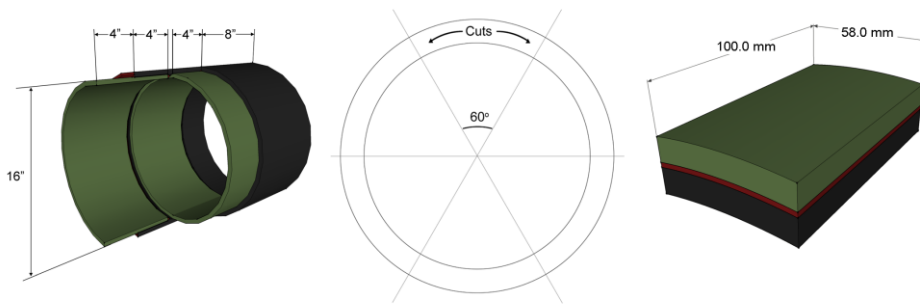


Figure 1 - Dimensions and cuts of the 16-inch pipes

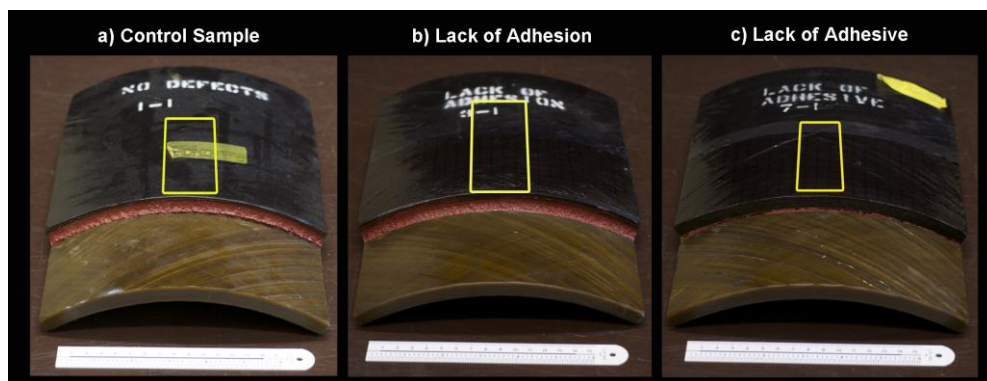


Figure 2. Fiberglass reinforced epoxy composite specimens used in x-ray imaging inspections. (a) Control sample, (b) sample with lack of adhesion and (c) sample with lack of adhesive. The rectangular draw elucidate the region of interest used in the evaluation of DR and microCT.

In this Fig. it is possible to visualize the rectangular Region of Interest (ROI) that was evaluated by microCT. The ROIs were made in a way so as to present discontinuities, which are often generated during the assembly phase. The samples were named in the following way:

- i. control sample – a sample performed according to the manufacturer's procedure specifications;
- ii. sample with lack of adhesive – sample carried out with a smaller amount of adhesive (30% less than the quantity recommended by the procedure), which was unevenly spread over the surface, creating areas where it would not be fill the space that it had to fill in order to bind the joint;
- iii. sample with lack of adhesion – sample made with the insertion of an adhesive tape on the surface of the joint before applying the adhesive, generating thus an area where the adhesive would not stick to the binding surface.

## *2.2 – Inspection Parameters*

Table 1 presents the x-ray imaging inspection parameters and the equipments used in the three steps of the image acquisition process. It was used single wall, single image (SWSI) technique in radiography tests, which is one of the most widely used procedure when both sides of the sample are accessible. In SWSI the x-ray source can be placed inside (detector outside) or outside (detector inside) the duct. In this work, CR-SWSI was performed with the source inside the specimens. In this one, the x-ray source can be placed on the centerline and the film wrapped round the pipe and the whole joint was inspected in one exposure, which makes the test more rapid and cheap. For DR-SWSI inspection modern amorphous silicon flat panel detector was used, which enables very short exposure times enabling the improvement on the final image quality. CR and DR digital images were mathematically processed with the ISee (version 10.1) software in order to improve their contrast, which facilitates the identification of the defects in the samples.

Table 1. Inspection parameters.

<b>Parameters</b>	<b>MicroCT</b>	<b>Computed Radiography</b>	<b>Digital Radiography</b>
X-ray Model	SkyScan 1173	CSD160	TU160-D03
Radiographic Technique	-	SWSI	SWSI
Voltage (kV)	130	55	60
Current (mA)	0.061	3.0	3.0
Exposure Time (s)	0.8	12.0	6.0
Focal Size (mm)	< 0.005	1.0	1.0
Detector Type	Flat Panel 2240x2240 Pixels	CRTower Scanner IPC Imaging Plate	DXR 250V Flat Panel 2048 x 2048 Pixels
Pixel Size (µm)	35.03	113.0	200.0
Number of Frames	5	-	10
Source to Detector Distance (mm)	364.0	1300.0	1000.0
Source to Object Distance (mm)	258.3	1300.0	1000.0

MicroCT projection images were acquired with 0.50° step angle per frame for a total circular orbit of 360° with the auxiliary of a 2240x2240 pixels flat panel detector. The most obvious benefit of flat panel is the size and the weight; however, the final images in microCT inspection with flat panel detectors are completely free from distortions [14]. In order to reduce noise, 05 frames were averaged in order to form the image. After the acquisition process, the images were rebuilt with Nrecon® Skyscan [14] (version 1.6.9.4) and InstaRecon [15] (version 1.3.9.2) softwares, which have the reconstruction algorithm based on filtered retroprojection [16].

After the reconstruction process, the evaluation was performed with some image processing analysis [17], such as Kuwahara filter application, which is a nonlinear filter that reduces image noise and also preserves border information. This

step must be performed before the segmentation procedure. It is important to highlight that when the threshold (TH) value is applying on the RAW image, it will be created a separation into two objects appurtenant to the ROI. This step is quite important because the choice of the TH value is directly related to the accuracy of the quantification development. In this study, global TH values equal to 37, 49 and 47 were used for the control sample, the sample with lack of adhesion and the sample with lack of adhesive, respectively, considering a 0 to 255 gap. In this way, it was possible to separate the voids (white voxels) from the glue (black voxels). The parameters were quantified directly in 3D based on a model of the rendered surface volume, which means that all objects in the ROI were analyzed together and the integrated results were calculated as the total volume of all the objects. The parameters quantified were the total volume of interest (TV, mm<sup>3</sup>), total binarized object volumes inside the volume of interest (BV, mm<sup>3</sup>) and the percent of the VOI which is occupied by the binarized objects, (BV/TV, %).

Another parameter analyzed was the voids size distribution of the sample. This analysis was performed in 2D (slice by slice) and gives us a histogram with different ranges of voids size as a result.

### **3. Results and Discussions**

Figs. 3 to 5 display the qualitative results obtained through all three techniques (CR, DR and microCT) for the control sample, as well as for the sample with lack of adhesion and the sample with lack of adhesive, respectively.

CR image of the control sample (Fig. 3b) displayed a large quantity of voids covering a considerable area of the upper part of the joint. The voids could be detected thanks to a difference in gray values when compared to a homogeneous binding area, such as the one observed on the lower part of the joint. DR image of this same sample (Fig. 3c) identified the same behavior, indicating voids on the upper part of the joint in contrast with the homogeneous region on the lower part. On such images, it was possible to determine that the binding process was not adequate even though the manufacturer's specifications were duly followed, since voids on the joint were found.

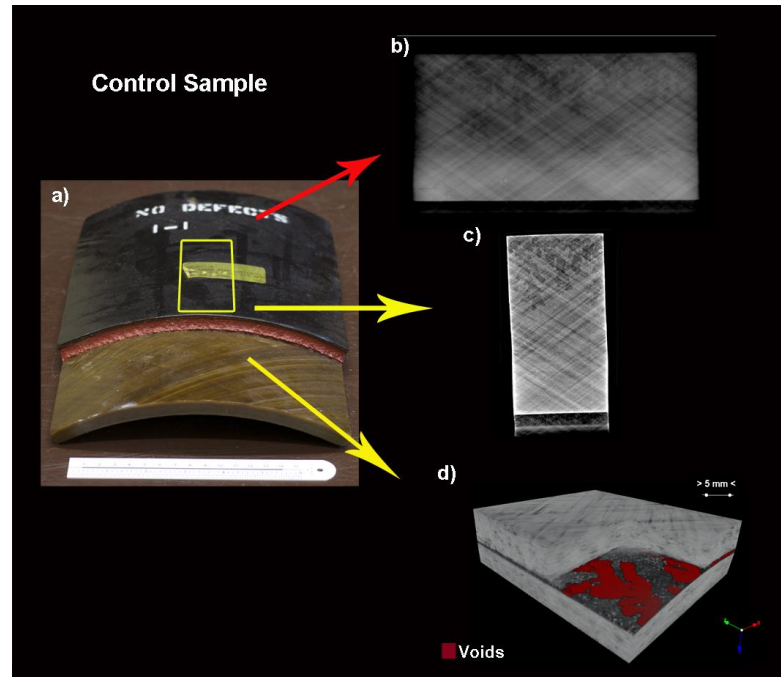


Figure 3. Control sample images: (a) sample photography, (b) CR uncut sample result, (c) DR ROI (d) 3D model of the ROI from the microCT.

The sample with lack of adhesion presented only a small region in which the voids can be observed (Fig. 4b,c), although it was not possible to identify a clear lack of adhesion. Since this joint had the correct amount of adhesive and lacked only the adhesion, the gap between the adhesive layer and the pipe wall was not visible in the radiography, since the layers were overlaid in the image. This proves that radiography is not an efficient technique for detecting this kind of defect.

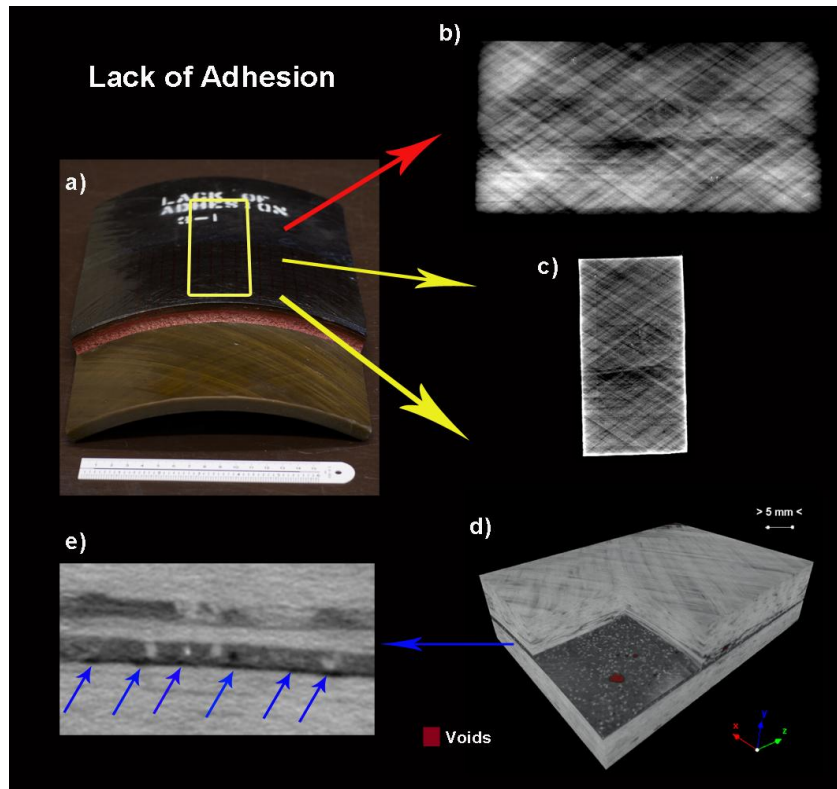


Figure 4. Sample with lack of adhesion images: (a) sample photography, (b) CR uncut sample result, (c) DR ROI, (d) 3D model of the ROI from the microCT and (e) reconstructed image of transaxial section.

CR image of the sample with lack of adhesive (Fig. 5b) allowed merely the visualization of voids in the joint for a small region in the lower left part of the sample. In this sense, DR was performed only for a central part of the test sample and the results shows that no significant amount of voids was found. However, the analysis of the images' histograms showed that this sample has a different distribution than the other two ones, since it presented a higher frequency of higher gray values for both radiography techniques. This shows that, even though no regions with voids were detected, the amount of adhesive used for manufacturing was lower than for the other ones, reducing therefore the thickness of the material an increasing the transmitted radiation intensity.

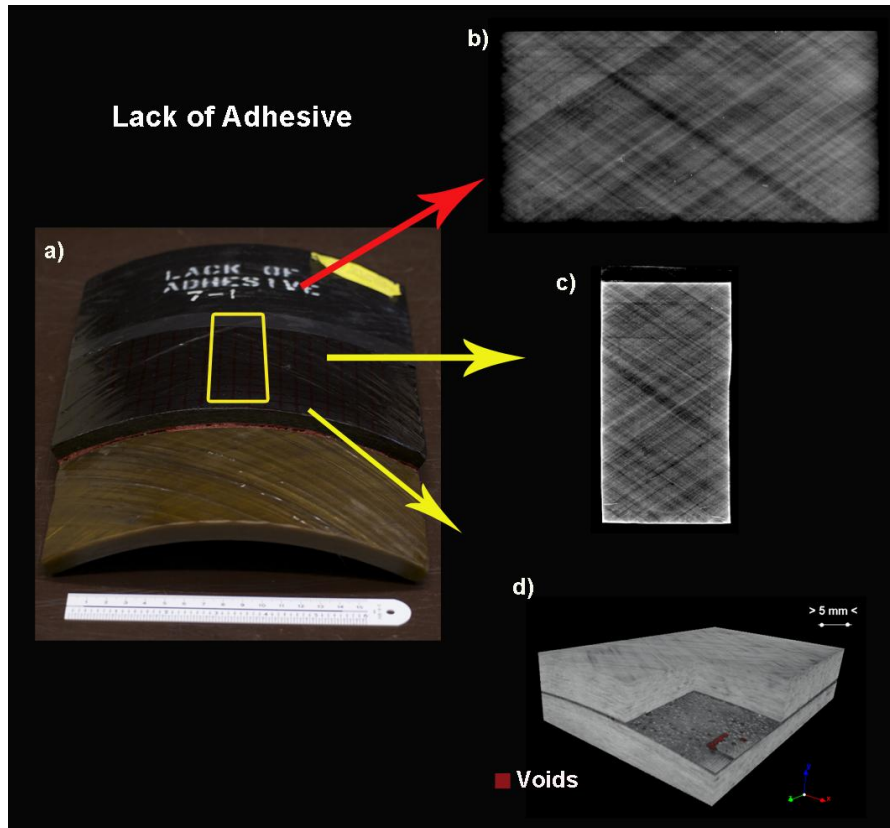


Figure 5. Sample with lack of adhesive images: (a) sample photography, (b) CR uncut sample result, (c) DR ROI and (d) 3D model of the ROI from the microCT.

The results show that microCT technique was able to perform both qualitative and quantitative evaluations. The qualitative results of the control sample, sample with lack of adhesion and sample with lack of adhesive are shown in Figs. 2d, 3d and 4d, respectively. Additionally, the 3D models of Fig. 5 show the different phases (different materials) of the samples, which were nominated as matrix, glue and voids. The quantitative 3D evaluation by microCT were obtained by processing the reconstructed images and presented in Table 2 and Fig. 6. TV represents the total volume of the volume of interest (VOI), while Obj.V refer to total volume of binary objects (in this case the white voxels represent the voids) within the VOI. Consequently, it was possible to obtain the proportional of the VOI was occupied by binary solid objects (Obj.V/TV).



Table 2. 3D quantification of the samples using micro-CT.

<i>PARAMETERS</i>	<i>CONTROL SAMPLE</i>	<i>LACK OF ADHESION</i>	<i>LACK OF ADHESIVE</i>
Slices	1864	1955	2233
TV (mm <sup>3</sup> )	4297.08	3565.19	3870.13
Obj.V (mm <sup>3</sup> )	863.40	83.73	52.44
Obj.V/TV (%)	20.09	2.35	1.35

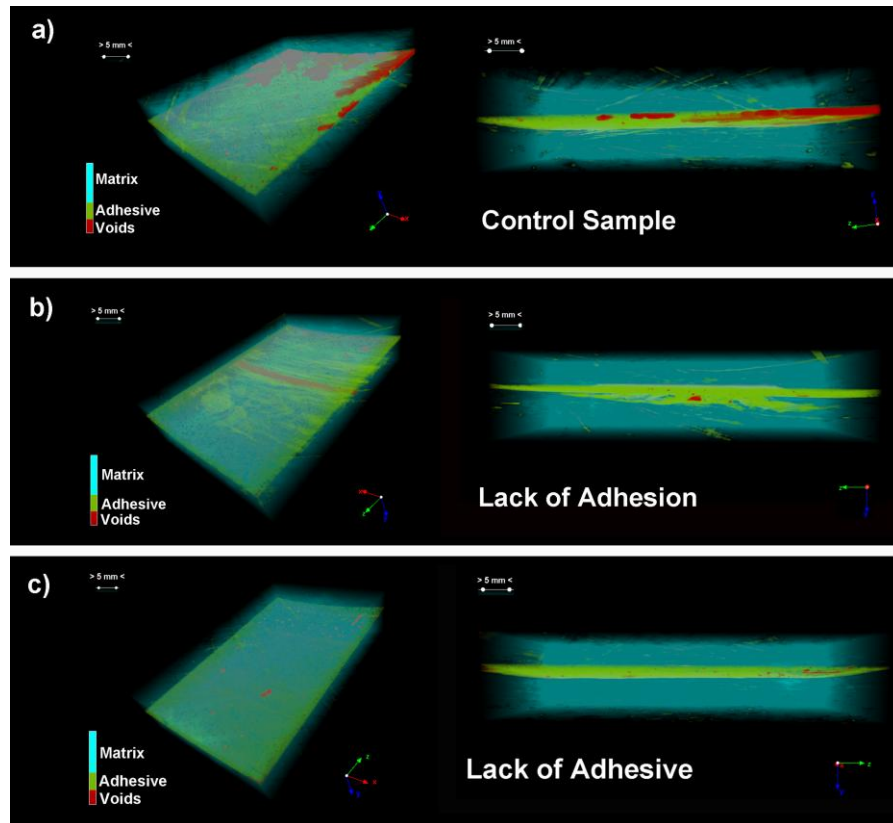


Figure 6. MicroCT 3D visualizations with the indication of the materials composition.

The control sample shows occlusions of approximately 863.4 mm<sup>3</sup> on average, which represents about 20 % of the total volume analyzed. This result can be read as a

huge percentage of porosity. Determination of voids size distribution is another important parameter on geometric details of pore space. Fig. 7 show that the control sample has a high void percentage with lower size ranges in relation to the other samples. A significant increase in the magnitude of voids diameter can indicate adhesion discontinuity. Glued joints tests showed that when composite materials are subjected to tension they exhibit premature failure from voids [18]. These voids appear due to air entrapment during mixing and / or application which often produces micro-void spaces in the adhesive process by influencing the strength of the glued joints [19].

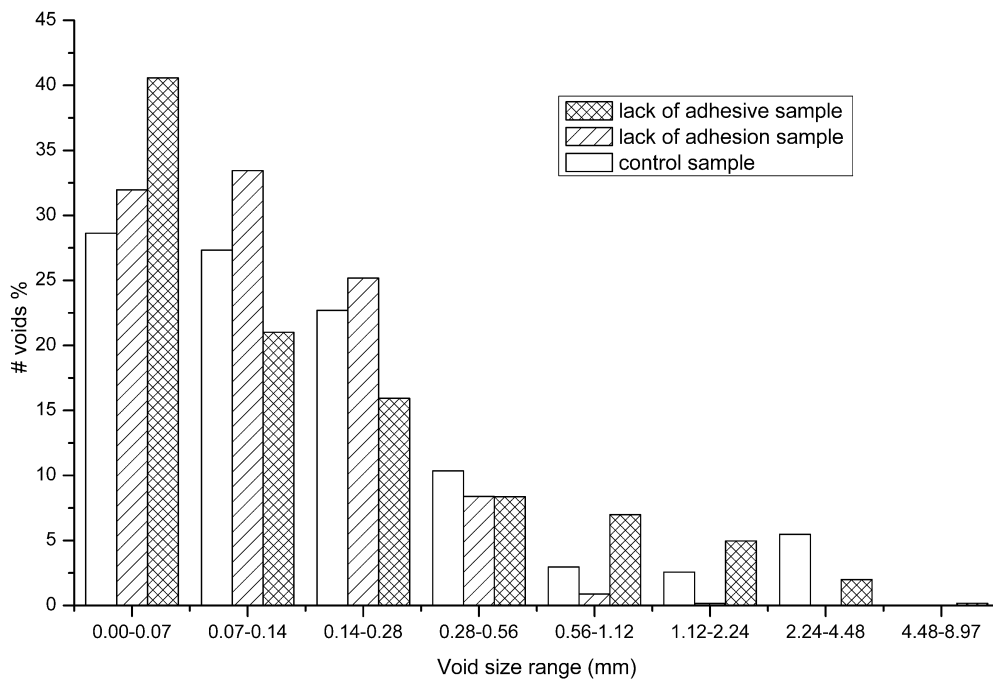


Figure 7. Pore size histogram obtained from microCT evaluation.

The results show that 2.4 % of the analyzed volume of the sample with lack of adhesion belongs to the occlusions. The interpretation of radiographic images was best presented by microCT, because from the 3D model, we found that the horizontal voids represented by the dark region of the radiographic image were a defect of the fiber and not the glue. Fig. 7 shows that most of the voids found in this sample are in the smallest size ranges. The quantification of TV, Obj.V, Obj V / TV by microCT technique did not allow concluding whether the bonded joint has lack of adhesion or not, only by visual inspection of the 2D image using microCT as Fig.4e. Adhesion is a very complex

phenomenon and is therefore beyond the reach of a single model or theory. The study of adhesion involves several scientific fields, including macromolecular science, physical chemistry of surfaces and interfaces, materials science, rheology, mechanics and micromechanics of fracture [20].

The volume of voids in the sample with lack of adhesive was  $83.7 \text{ mm}^3$ , which represents about 1.35% of the analyzed volume. The images and the histogram of void sizes allow concluding that this sample presents voids spread in the entire glue and with different sizes, characterized by the lack of adhesive. The histogram of voids sizes indicates a larger amount of voids between 0 and 4.48 mm distributed in the entire material. A volume reduction of the epoxy glue applied resulted in a void distribution of 40% with 0.07 mm diameter, 20% with 0.14 mm and 15% with 0.28 mm diameter. It indicates that the joint bonded with little adhesive presents a high void index and may compromise the uniformity of the joint's physical and mechanical characteristics and cause the structure discontinuity.

In most situations, the adhesive consists of a different material, which is different from that of the joining adherends. Therefore, the chemical properties differ from the mechanical properties and the resulting common properties are influenced by this combination [20].

Pore presence may be related to impurities of the material or the cure of the adhesive. Air entrapment during the mixture and/or application process often causes micro voids in the adhesive bond line and influences the strength of the joints [21].

The microtomography technique allowed for the identification of the voids present in the adhesive. It was observed that the control sample presented 20% of voids with regard to the total volume of adhesive, while the samples with lack of adhesion and lack of adhesive presented 2.3% and 1.3%, respectively.

#### **4. Conclusions**

By using radiography, the areas where there isn't any adhesive or where its quantity is less than the recommended in the bonding standards could be displayed in the images. These empty regions appear as black spots in the images due to lower attenuation of radiation in these areas. Lack of adhesion, which consists in poor or no adherence between the pipe walls and the adhesive, could not be visualized. , The

space between the adhesive layer and the pipe wall was not visible in the radiographs of bonded joints with lack of adhesion although with the correct amount of adhesive because the layers were overlaid in the image.

Microtomography was also able to detect the lack of adhesion between the adhesive and the pipe wall, thus it proved to be more advantageous than the radiographic technique for inspecting this kind of defect. Besides being capable of detecting a larger range of discontinuities, it also enabled the quantification of such defects. In this way, a final report on the interventions and maintenance operations of a damaged piece of equipment based on microCT will be much more reliable and precise.

### **Acknowledgements**

This work was partially supported by Conselho Nacional de Desenvolvimento (CNPq) and Fundação de Amparo à Pesquisa (Faperj). The author would like to thank Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES), which is a Petrobras applied research complex, in order to provide the samples.

### **References**

- [1] J. M. Lees, Behavior of GFRP adhesive pipe joints subjected to pressure and axial loadings, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37-8 (2006) 1179.
- [2] G. Di Bella, G. Galtieri, E. Pollicino, C. Borsellino, Mechanical characterization of adhesive joints with dissimilar substrates for marine applications, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 41 (2013) 40.
- [3] F. G. Garcia, M. E. Leyva, A. A. A. de Queiroz, A. Z. Simões, Durability of adhesives based on different epoxy/aliphatic amine network, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 31-4 (2011) 181.
- [4] K. Takahashi, Progress in science and technology on photostimulable BaFX:Eu<sup>+2</sup> (X = Cl, Br, I) and imaging plates, *Journal of Luminescence* 100 (2002) 315.

- [5] A. S. S. Silva, D. F. Oliveira, A. S. Machado, J. R. Nascimento, R. T. Lopes, An evaluation of imaging plate characteristics that determine image quality in computed radiography, *Materials Evaluation* 72 (2014) 397.
- [6] L. Lança, A. Silva, Digital radiography detectors - A technical overview: Part 1, *Radiography* 15 (2009) 62.
- [7] H. G. Chotas, J. T. Dobbins III, C. E. Ravin, Principles of digital radiography with large-area, electronically readable detectors: a review of the basics, *Radiology* 210 (1999) 599.
- [8] A. R. Cowen, S. M. Kengyelics, A. G. Davies, Solid-state, flat-panel, digital radiography detectors and their physical imaging characteristics, *Clinical Radiology* 63 (2008) 498.
- [9] C. Neubauer, Intelligent x-ray inspection for quality control of solder joints, *IEEE Transactions on components, packaging, and manufacturing technology - Part. C* 20(2) (1997) 120.
- [10] L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J.J. Blandin, J.Y. Buffière, W. Ludwig, E. Boller, D. Bellet, C. Josserond, X-ray micro-tomography an attractive characterization technique in materials science, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B* 200 (2003) 286.
- [11] P. J. Schilling, B. R. Karedla, A. K. Tatiparthi, M. A. Verges, P. D. Herrington, X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites, *Composites Science and Technology* 65 (2005) 2078.
- [12] S. R. Stock, *Microcomputed tomography, methodology and applications*, CRC Press (2008) 170.
- [13] M. F. S. Oliveira, I. Lima, P.L Ferrucio, C.J. Abreu, L. Borghi and R.T. Lopes, Petrophysical analysis of limestone rocks by nuclear logging and 3D high-resolution X-ray computed microtomography, *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research A* 652 (2011) 910.
- [14] NRecon, 2011. SkyScan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium.
- [15] InstaRecon®, 2011. CBR Premium 12-8K™, InstaRecon, Champaign, IL, USA.

- [16] L. A. Feldkamp, L. C. Davis and J. W. Kress, Practical cone beam algorithm, *J Opt Soc Am A* 1 (1984) 619.
- [17] CTAnalyser, 2012. The user's guide, Skyscan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium.
- [18] H. Chai, On the correlation between the Mode I failure of adhesive joints and laminated composites, *Engineering Fracture Mechanics* 24(3) (1986) 43.
- [20] K. B. Katnam, J. P. J. Stevenson, W. F. Stanley, M. Buggy, T.M. Young, Tensile strength of two-part epoxy paste adhesives: Influence of mixing technique and micro-void formation, *International Journal of Adhesion & Adhesives* 31 (2011) 673.
- [19] J. Custódio, J. Broughton, H. Cruz, A review of factors influencing the durability of structural bonded timber joints, *International Journal of Adhesion & Adhesives* 29 (2009) 185.
- [20] Adhesive bonding. Science, Technology and Applications. Edited by R. D. Adams. CRC Press LLC, 2000 Corporate Blvd, 2005.
- [21] M. Buggy, T.M. Young, Tensile strength of two-part epoxy paste adhesives: Influence of mixing technique and micro-void formation 31 (2011) 673.