

# CARACTERIZAÇÃO DE DEFEITOS EM JUNTAS ADESIVAS DE DUTOS COMPÓSITOS UTILIZANDO MICROTOMOGRAFIA 3D\*

Ariella Vianna Fontes<sup>1</sup>  
Gabriela Ribeiro Pereira<sup>2</sup>  
Ricardo Tadeu Lopes<sup>3</sup>

## Resumo

Os dutos de plástico reforçados com fibra de vidro, devido a sua boa relação entre resistência mecânica, peso e resistência à corrosão, são amplamente utilizados, por exemplo, na indústria petrolífera. Todavia as conexões de vários trechos desses dutos, realizadas por juntas adesivas, podem apresentar defeitos como a falta de adesão e a falta de adesivo, tornando-se pontos propícios ao colapso. Até o momento ainda não há uma metodologia de ensaio não destrutivo consolidada, capaz de avaliar a integridade das juntas adesivas. A técnica mais utilizada é o ensaio de ultrassom, porém com fortes limitações. Dentro desse contexto, o presente trabalho apresenta a caracterização dos defeitos utilizando a técnica de microtomografia 3D, visto que esta permite examinar a estrutura interna do material. Foram confeccionados e avaliados corpos de provas contendo os defeitos típicos encontrados em campo. Os resultados mostraram que a técnica utilizada é adequada para caracterização qualitativa e quantitativa dos defeitos típicos em juntas adesivas encontrados em campo.

**Palavras-chave:** Juntas adesivas; Dutos compósitos; Microtomografia.

## CHARACTERIZATION OF DEFECTS IN ADHESIVE JOINT ON COMPOSITE PIPES USING 3D MICROTOMOGRAPHY

### Abstract

The fiber reinforced polymer composite pipes, because of their good relation between strength, weight and corrosion resistance, have been widely used, for example, in oil industry. However the connections of many sections of these pipes made by adhesive bonded joints can show defects like kissing bond and lack of adhesive, making it propitious to colapse points. Until now there isn't any consolidated methodology of non-destructive testing, able to evaluate and control the integrity of adhesive bonded joints. The most used technique is the ultrasound test, but with hard limitations. Within this context, this work aims to characterize the defects using the technique of 3D microtomography, which it allows to examine the internal structure of the material. Were fabricated and evaluated specimens containing typical defects found in the field. The results showed that the technique is appropriate for the qualitative and quantitative characterization of the typical defects found in the adhesive bonded joint found on field.

**Keywords:** Adhesive joint; Composite pipes; Microtomography.

<sup>1</sup> Engenheira de Materiais, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, Brasil.

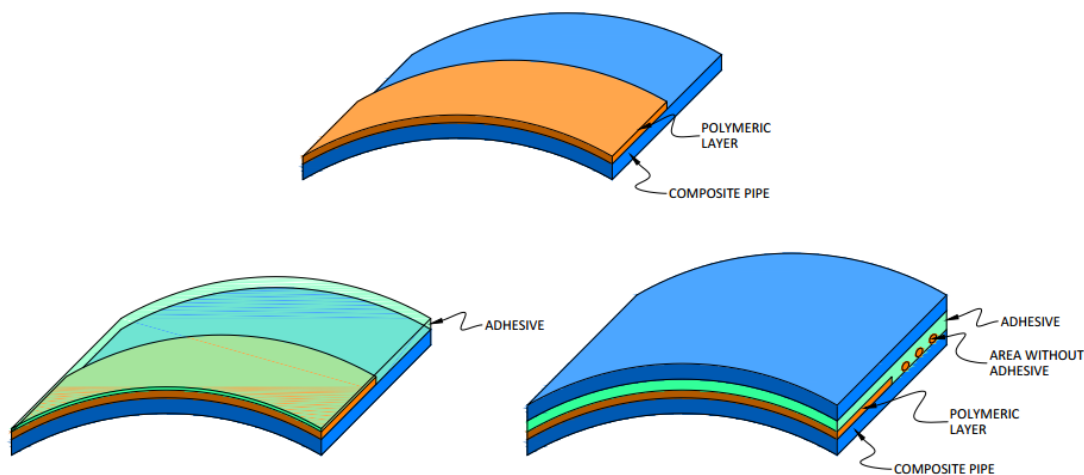
<sup>2</sup> Física, D.Sc., professora adjunto, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>3</sup> Físico, D.Sc., Departamento de Engenharia Nuclear, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

As projeções tecnológicas colocam como prioridade o desenvolvimento de novos materiais que permitam unir propriedades específicas de cada composto em um único material. As boas propriedades obtidas nos compósitos de matriz polimérica reforçado com fibras de vidro (*Fiber Reinforced Polymer*), levam a uma vasta aplicação principalmente em tubulações condutoras de fluidos, atendendo as funções e a ambientes insalubres em que se encontram diversos sistemas de operação. Os dutos (*pipes*) compósitos são essenciais em diversos sistemas e a interrupção de seu funcionamento acarreta prejuízos financeiros, ambientais e até mesmo perdas humanas. As conexões entre vários trechos dos referidos dutos podem ser realizadas através de solda ou juntas adesivas, ambas susceptíveis ao colapso. As juntas adesivas denominadas “ponto e bolsa” são objeto de estudo no presente trabalho visto a grande dificuldade do controle de qualidade durante a realização da atividade de junção no campo.

Os principais defeitos encontrados nas juntas do tipo “ponto e bolsa” são porosidades, trincas, falta de adesão (“*kissing bond*”) e falta de adesivo. A falta de adesão ocorre quando a camada adesiva não adere à superfície devido a graxas ou óleos, ou seja, há o contato mas não há aderência, e a falta de adesivo, está relacionada a aplicação de quantidade inferior de adesivo a estabelecida no procedimento de montagem gerando áreas vazias (Figura 1). Os defeitos são gerados durante o processo de montagem, sendo as principais causas o preparo inadequado e a falta de limpeza das superfícies que entrarão em contato com o adesivo [1,2].



**Figura 1.** Desenho esquemático dos principais defeitos encontrados nas juntas adesivas do tipo “ponto e bolsa”. A falta de adesão foi simulada utilizando-se uma fita polimérica a fim de evitar a aderência do adesivo epoxílico à superfície do duto compósito. A falta de adesivo foi inserida através da redução da quantidade de adesivo a ser aplicada estipulada pelo fabricante.

A avaliação da integridade de materiais compósitos em estruturas críticas submetidas a esforços estáticos e dinâmicos não possui uma técnica não invasiva consolidada. Apesar de amplamente utilizados, os ensaios de ultrassom e emissão acústica possuem limitações na determinação dos defeitos em regiões de transição, assim como não oferece informação quantitativa [1]. Dentre as diversas técnicas de ensaios não destrutivos, a microtomografia, apesar de recente na área industrial, permite reproduzir imagens fidedignas da estrutura interna da amostra possibilitando

uma análise qualitativa e quantitativa do volume e distribuição em escala micrométrica [3]. Baseada nos princípios da radiografia, a microtomografia permite processar, analisar e medir as representações tridimensionais do objeto estudado. O objetivo do presente trabalho é a caracterização através da microtomografia 3D dos principais defeitos encontrados em juntas adesivas visando verificar o caráter de confiabilidade e segurança da estrutura.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

Foram utilizadas amostras de material compósito de matriz epóxi reforçado com fibra de vidro “Ameron Bondstrand 700M Conductive” para confecção dos dutos a serem analisados. Os dutos compósitos foram confeccionados por enrolamento filamentar com as espessuras de parede da ordem de 10,0 mm para dutos de 16”. Após esta etapa foi realizada a junção dos trechos dos dutos simulando a real situação ocorrida no campo, porém com defeitos incluídos propositalmente. O adesivo utilizado nas juntas foi fornecido pela Ameron sob a designação PSX-60 que, segundo informação contida no catálogo do fabricante, é constituído de resina epóxi, sílica cristalina, silicato de cálcio, sílica coloidal amorfa, metanol hidrolisado e fibras de aço inoxidável [1].

Foram analisadas juntas feitas da sobreposição das extremidades das duas partes de tubos de 16” de diâmetro a serem unidas recebendo um adesivo polimérico para consolidar a adesão dos trechos. Depois de unidos os trechos de tubos, a junta é cortada a 60° originando seis corpos de provas. Posteriormente três corpos de provas, com defeitos e sem defeito, foram cortados novamente em serra de fita, desta vez originando amostras com dimensão 15mm x 15mm, e levados para análise de microtomografia. No presente trabalho foi caracterizada uma amostra com a simulação de falta de adesão.

### 2.2 Microtomografia

A microtomografia consiste na geração de imagens radiográficas sequenciais que ao serem compiladas permitem a representação tridimensional e extração de atributos do objeto estudado.

#### 2.2.1 Aquisição das imagens

A aquisição das imagens foi realizada utilizando o microtomógrafo Skyscan/Bruker, modelo 1173 [6-8]. Este equipamento possui tubo de raios X microfocado de tensão e correntes ajustáveis, ponto focal menor que 5µm e potência de 8W, com tensão variando entre 40 e 130kV. Este microtomógrafo utiliza detector do tipo “flat panel” com matriz 2240x2240 pixels, tamanho de pixel de 50µm e 12 bits de range dinâmico, com aquisição de objetos com até 140mm de diâmetro e 200mm de comprimento [4,5]. Este sistema produz um feixe cônico para aquisição das imagens transmitidas do objeto em diferentes posições angulares. Possui um suporte de amostras para realização da rotação da amostra durante o processo tomográfico. Além disso, conta com suporte para colocação de filtros na saída do tubo de raios X, de forma a diminuir os efeitos de endurecimento de feixe. Durante a aquisição dos dados, o objeto pode rotacionar 180° ou 360° com um passo angular fixo, onde cada a cada passo uma imagem transmitida é registrada, sendo salva como arquivos

16bits, extensão em .TIFF. As projeções foram obtidas com as condições de aquisição, utilizadas para o presente trabalho, especificadas na tabela 1, onde o tempo de exposição é o tempo total de exposição de cada quadro, a rotação é a graduação em que a amostra gira e a média de quadros é o número de quadros que se faz para uma projeção [3].

**Tabela 1.** Condições de aquisição

Tensão	70kV
Corrente	90 $\mu$ A
Resolução espacial	12,4 $\mu$ m
Passo angular	0,5
Filtro	Al 1,0mm + Cu 0,15mm
Tempo de medida	890ms
Número de projeções	720
Tamanho da matriz	2240x2240

*Microtomógrafo Skyscan/Bruker modelo 1173*

### 2.2.2 Reconstrução das imagens

O software de reconstrução das fatias bidimensionais através das projeções obtidas no Skyscan 1173 utiliza o algoritmo baseado no original de Feldkamp para reconstrução de geometria de feixe cônico de raios X [5]. As reconstruções das projeções foram feitas utilizando-se o software NRecon da Skyscan (versão 1.6.8.0) /InstaRecon (versão 1.3.9.2). A região de interesse para reconstrução pode ser delimitada assim como o passo entre as fatias geradas que podem ser visualizadas uma a uma permitindo a melhora da imagem antes do pré-processamento de acordo com os interesses do estudo. É nesta etapa que as variáveis do programa permitem obter uma reconstrução com menor número de artefatos e ruídos [6-8].

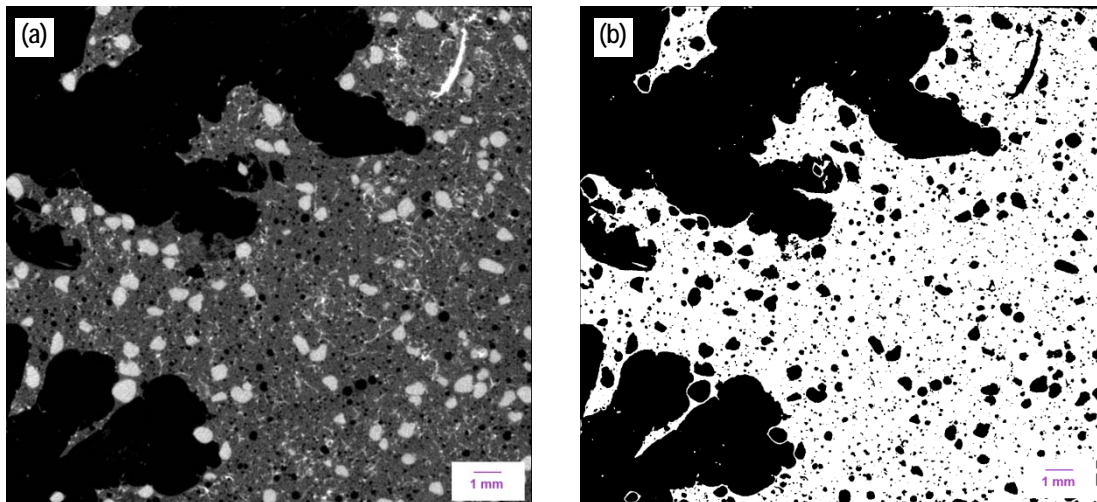
### 2.2.3 Análise microestrutural

O software utilizado para análise microestrutural foi o CTan. Neste foi realizada toda etapa de processamento de imagens incluindo a determinação do threshold adequado para a binarização da imagem no presente trabalho. As etapas até a quantificação consistiram na determinação da região de interesse (ROI), delimitando na amostra a região da imagem e das “fatias” que serão de interesse para o estudo, eliminando o que for indesejável, posteriormente a binarização da imagem, pós processamento e por fim a quantificação, utilizando parâmetros como por exemplo o volume total de objeto binarizado. A interpretação qualitativa das imagens tridimensionais foram realizadas no software CTvox.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

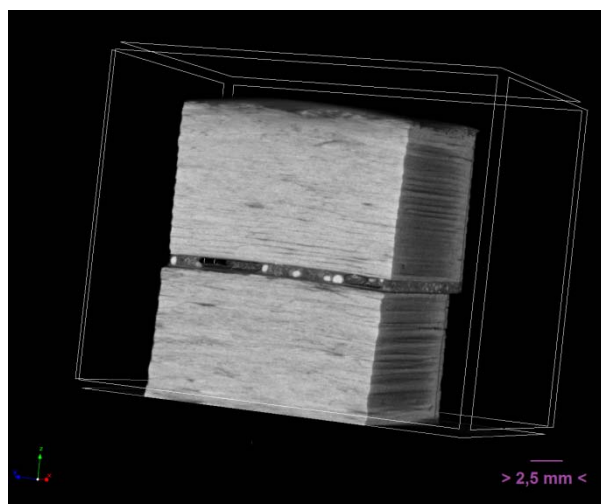
### 3.1. Análise Qualitativa por Microtomografia

As Figuras 2a e 2b apresentam uma “fatia” transversal da amostra estudada antes e após a segmentação. Podemos claramente observar a presença do defeito denominado falta de adesivo assim como, devido ao coeficiente de atenuação dos materiais, a sílica presente na composição do adesivo utilizado, destacada como pontos claros.



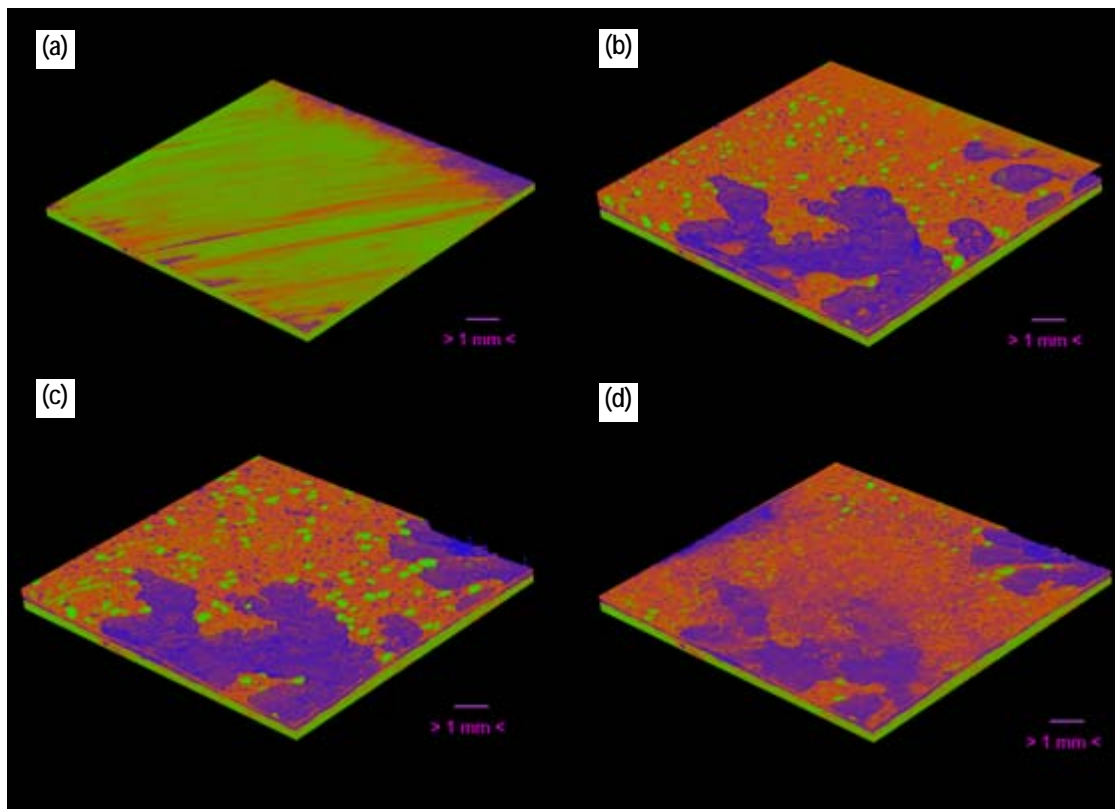
**Figura 2.** (a) Imagem em tons de cinza de uma “fatia” transversal da amostra, (b) Imagem binarizada após o pré processamento e determinação do threshold, neste caso 36, da “fatia” da Figura 2(a).

A reconstrução das “fatias” transversal da amostra através do CTvox permite a visualização tridimensional do objeto estudado. Esta observação permitiu selecionar a região de interesse a ser analisada, facilitando a visualização e análise dos defeitos, reduzindo tempo de processamento computacional.



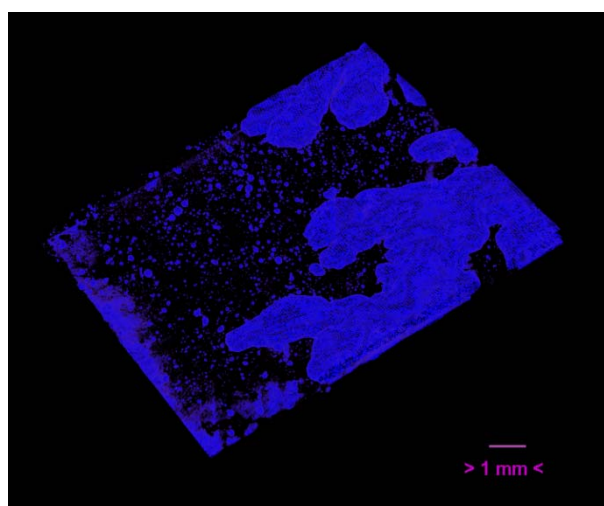
**Figura 3.** Imagem tridimensional da amostra analisada.

A análise do interior do corpo de prova é possível a medida que camadas (fatias) da imagem tridimensional são removidas conforme pode ser observado na Figura 4. De acordo com a densidade do material, diferentes graus de atenuação são observados. O duto compósito está representado pela cor verde, a junta adesiva pela cor vermelha e os poros (vazios) pela cor azul. Nas imagens da Figura 4 podem ser vistos pontos verdes na junta adesiva, porém estes não fazem parte do duto compósito e aparecem devido à similaridade na densidade de elementos que compõe o adesivo.



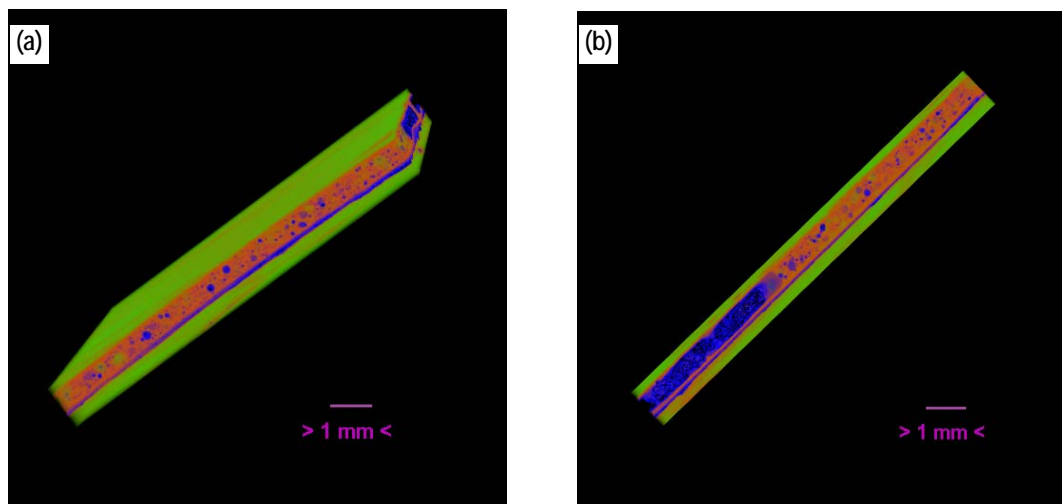
**Figura 4.** Sequência de imagens onde foram retiradas “fatias” para análise do interior da amostra, iniciada no duto compósito em contato com a junta adesiva (a) passando pelo interior do adesivo (b)(c)(d).

A Figura 5 é referente a caracterização (segmentação) dos defeitos. Pode-se observar as regiões com falta de adesivo decorrentes dos defeitos, porém não pode-se observar a falta de adesão. A segmentação dos defeitos permite a análise da fração de vazios existentes na amostra.



**Figura 5.** Imagem da segmentação tridimensional dos vazios na junta adesiva.

Apesar de ser uma amostra onde o defeito simulado foi a falta de adesão, ambos ficam explícitos nas imagens tridimensionais. A Figura 6(a) deixa evidente a predominância da falta de adesão, assim como a Figura 6(b) reporta ao caráter misto dos defeitos.



**Figura 6.** Imagens tridimensionais onde podem ser observados os defeitos: (a) Falta de adesão, (b) Falta de adesão e falta de adesivo.

### 3.2 Análise Quantitativa por Microtomografia

A Tabela 2 mostra os resultados obtidos pelo sistema de análise de dados CTan onde foi possível determinar o volume de vazios. Para a amostra analisada no presente trabalho, o percentual do volume de vazios foi de 30,91%.

Todavia, o fato das amostras estudadas serem um pedaço do duto compósito não permite extrapolar o valor encontrado para as demais amostras, sendo necessário caracterizar uma a uma.

**Tabela 2.** Análise quantitativa dos defeitos

<b>Volume total – VOI - TV(mm<sup>3</sup>)</b>	242.32178
<b>Volume do objeto – Obj.V (mm<sup>3</sup>)</b>	167.43993
<b>Percentual do volume do objeto – Obj.V/TV (%)</b>	69,09

## 4 CONCLUSÃO

Apesar de ser uma técnica não destrutiva recente na área industrial, a microtomografia se mostrou eficiente e adequada à caracterização e quantificação dos defeitos existentes em juntas do tipo “ponto e bolsa” em dutos compósitos de resina epóxi reforçado com fibra de vidro. Na amostra analisada qualitativa e quantitativamente, foi possível identificar que se trata de uma junta defeituosa, assim como dimensionar e localizar a falta de adesão e a falta de adesivo. Os resultados são promissores para a sequência de estudos profundos na análise e caracterização de juntas adesivas em dutos compósitos.

A grande limitação encontra-se na dificuldade de realizar o ensaio de microtomografia no campo, visto que é necessário um microtomógrafo portátil e que todos os lados da amostra estejam acessíveis.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio da Petrobras. A.V. Fontes agradece o apoio do LNDC e da CAPES.

## REFERÊNCIAS

- 1 Souza, M.P.V. Inspeção não destrutiva por ultrassom e emissão acústica de juntas adesivas de material compósito. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Dissertação de M.Sc. COPPE/UFRJ; 2014.
- 2 Oliveira, D.F. Desenvolvimento de sistemas de inspeção por técnicas radiográficas na análise de perda de adesão em dutos compósitos. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Tese de D.Sc. COPPE/UFRJ; 2010.
- 3 Fontes, A.V., Machado, A.C., Machado, A.S., Lopes, R.T., Lima, I., Pereira, G.R., “Non-destructive inspection using 3D microtomography of adhesive joints on composite pipes”, In: European Conference on X-ray spectrometry (EXRS), Bologna, 2014.
- 4 SKYSCAN, 2011a. SkyScan 1173 User Guide. Fonte: <http://www.skyscan.be>
- 5 Machado, A.C. Estudo de parâmetros microestruturais de rochas-reservatório para diferentes resoluções utilizando microtomografia computadorizada 3D. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Dissertação de M.Sc. COPPE/UFRJ; 2012.
- 6 SKYSCAN, 2011b. NRecon User Guide. Fonte: <http://www.skyscan.be>
- 7 SKYSCAN, 2013a. The user's guide CT-Analyser. Fonte: <http://www.skyscan.be>
- 8 SKYSCAN, 2013b. Morphometrics Parameters in CT-Analyser. Fonte: <http://www.skyscan.be>