AVALIAÇÃO DE RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE DE FRATURA DE MATERIAIS COMPÓSITOS DO TIPO CFRP, ATRAVÉS DA TÉCNICA DE RECONSTRUÇÃO TRIDIMENSIONAL¹

Raquel de Moraes Lobo² Arnaldo Homobono Paes de Andrade³

Resumo

Os materiais compósitos do tipo CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer) apresentam, durante o processo de fratura, uma rugosidade acentuada devido a grande variação em altura resultante do arrancamento ("pull-out") das fibras. Uma avaliação dessa rugosidade pode ser feita através da reconstrução tridimensional da superfície, tanto pelo método de foco variável, utilizando microscopia óptica, quanto pelo método da paralaxe, através de um par de micrografias MEV, obtidas com diferentes ângulos de inclinação da região de interesse. Este trabalho apresenta uma discussão sobre os limites de observação das imagens, próprios do equipamento utilizado, com a intenção de estabelecer o melhor método para a obtenção do mapa de elevações que reproduz a rugosidade da superfície. **Palavras-chave:** Compósito; CFRP; Reconstrução tridimensional.

EVALUATION OF THE CFRP MATERIALS FRACTURE SURFACE ROUGHNESS BY TRIDIMENSIONAL RECONSTRUCTION TECHNIQUE

Abstract

Carbon Fiber Reinforced Polymer (CFRP) composites materials present, during the fracture process, an accentuated roughness due to great variation in height resulting from the pull-out of the fibers. As evaluation of that roughness can be done through the three-dimensional reconstruction of the surface, so much for the method of the variable focus, using optical microscopy, as for the method of the parallax, through a pair of SEM stereo images, obtained with different tilt angles of the area of interest. This work presents a discussion on the limits of observation of the images, own of the used equipment, with the purpose of establishing the best method for the map of elevations that reproduces the roughness of the surfaces.

Key words: Composite; CFRP; 3-D reconstruction.

¹ Contribuição técnica ao 64 ° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Mestrado – IPEN/CNEN

³ Doutorado – IPEN/CNEN

1 INTRODUÇÃO

A superfície de fratura de materiais compósitos do tipo CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer), constituído de resina epoxi reforçada com fibras de carbono contínuas é caracterizada por uma rugosidade bastante acentuada, com grandes diferenças em altura, devido a presença do arrancamento das fibras ("pull-out"), um dos seus principais modos de fratura. Ele ocorre quando, durante o carregamento, há uma quebra das fibras, acompanhada por um descolamento entre fibra e matriz. A superfície de fratura resultante apresenta pedaços de fibras expostas, cuja distribuição está relacionada com a energia envolvida no processo.^(1,2)

O estudo da fractografia desse tipo de material e o desenvolvimento de método de fractografia quantitativa para obtenção da variação de altura⁽³⁻⁵⁾ são discutidos para as imagens obtidas em duas dimensões, mas a análise fractográfica dessas superfícies realizada com imagens bidimensionais é falho ao desprezar a resolução vertical, e se torna um método ineficaz para uma avaliação real das condições de fratura. Esse foi o motivo que nos conduziu à busca de outras maneiras de analisar uma superfície com elevada rugosidade, que levasse em conta a variação vertical em altura. A reconstrução tridimensional de superfícies^(6,7) se apresentou como o caminho natural para a solução do problema, com a possibilidade da aquisição das imagens ser realizada tanto por microscopia óptica (MO) como por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Alguns programas para o processamento das imagens se encontram disponíveis comercialmente, mas possuem software proprietário, que não permite ao usuário ter acesso ao código do programa, dificultando a comparação de resultados, a discussão dos limites e erros e, caso necessário, a implementação de rotinas para solucionar casos particulares de problemas específicos como o apresentado para os materiais compósitos. O conceito de software aberto, que permite acesso ao código fonte e a implementação de alterações em programas distribuídos gratuitamente faz parte da nossa filosofia de disseminação científica, e foi esse o motivo que nos conduziu ao programa ImageJ, para tentar encontrar a solução deste problema. O software "ImageJ" é um programa de código aberto voltado para o processamento de imagens, escrito em linguagem Java, que permite extensibilidade através de "plugins", que podem ser desenvolvidos utilizando o editor e um compilador Java. O usuário tem acesso ao programa fonte de qualquer uma de suas atualizações, o que é vantajoso para a discussão e análise dos resultados.

O objetivo deste trabalho é apresentar alguns resultados de reconstrução tridimensional de imagens para compósitos CFRP, de matriz epoxi e reforçados com fibras contínuas de carbono, além de discutir alguns aspectos sobre a aquisição das imagens para reconstrução, estabelecendo limites e sugerir mudanças e adequar o programa para superfícies com pequena ou alta rugosidade.

2 MATERIAL E MÉTODOS

As reconstruções das superfícies de fratura foram realizadas a partir de imagens de amostras de material compósito do tipo CFRP unidirecional e multidirecional (Figura 1). Para comparar e poder estabelecer alguns limites durante o processo de aquisição de imagens, também foram utilizadas amostras de outros materiais como cobre e alumínio.



Figura 1. Amostras de compósitos do tipo CFRP, unidirecional e multidirecional.

As amostras de compósitos unidirecionais foram retiradas de corpos de prova para ensaio de tração longitudinal, com espessura aproximada de 3 mm, e fibras de carbono contínuas orientadas na direção transversal do corpo de prova. As amostras de compósitos multidirecionais foram retiradas de um cilindro fabricado pelo processo de bobinamento filamentar, por meio de corte a laser para preservar a superfície, após ensaio hidrostático, e possuem espessura nominal de 1,2 mm.

A reconstrução tridimensional das superfícies de fratura foi realizada por dois diferentes métodos, envolvendo dois equipamentos diferentes: método de foco variavel com imagens de microscopia óptica e o da paralaxe, com par de imagens estereo de microscopia eletrônica de varredura. O método do foco variável consiste na obtenção de imagens em intervalos regulares de altura, em torno da posição de foco, da superfície observada. A pilha de imagens é processada e uma imagem reconstruída da superfície é gerada. Esse processamento se baseia no critério de foco, que calcula para cada pixel um índice de foco e através desse valor é identificada em qual imagem da pilha, ou em qual posição de altura, um determinado pixel está em foco. Portanto, a imagem reconstruída será composta pelo valor de cada pixel em foco, levando-se em conta a altura em que isso ocorre e a imagem é formada por todos os pontos em foco, independendo da rugosidade da superfície.

A reconstrução por paralaxe é realizada com um par estereo de micrografias MEV, obtidas em ângulos diferentes da mesma região de interesse. A aquisição das imagens é realizada através da inclinação da amostra em torno da posição horizontal, de um ângulo de $\pm \theta$. O valor das projeções à esquerda e à direita de um ponto, permite o cálculo da altura, nesse ponto. Um esquema apresentado na Figura 2 mostra como esse valor é calculado.



Figura 2. Esquema para cálculo do valor de altura, através da inclinação da amostra, durante a aquisição do par estéreo para a realização da reconstrução da superfície.

A reconstrução da imagem é feita a partir do cálculo da elevação em cada ponto. Dessa forma, a aquisição da imagem é a principal etapa do processo, sendo determinante para a boa qualidade da reconstrução. O *plugin* utilizado para o processamento,⁽⁸⁾ se baseia no alinhamento das imagens, e de uma determinada região na imagem de base, tenta encontrar a região correspondente na outra imagem, a imagem de busca. O casamento entre as imagens do par estéreo é realizado a partir da distribuição de brilho, que produz um mapa denso de elevações, sendo que o cálculo de altura pode ser realizado para cada pixel individualmente, sem a necessidade de interpolação.

3 RESULTADOS

As imagens resultantes da reconstrução por foco variável de superfícies de fratura de compósitos CFRP, reforçados com fibras contínuas de carbono, são apresentadas na Figura 3. Pelas imagens obtidas é possível analisar aspectos muito interessantes, como a rugosidade da superfície e características de alguns modos de fratura como delaminação e o arrancamento das fibras. A imagem reconstruída da superfície mostra a região observada, com sua rugosidade bem definida, onde todos os pontos se encontram perfeitamente em foco. Um mapa de elevações também pode ser gerado, descrevendo com fidelidade a variação em altura encontrada em determinada região da superfície, o que favorece a análise de rugosidade.

A limitação do equipamento utilizado não permite a visualização de detalhes em aumento maior, mas a qualidade da imagem reconstruída demonstra toda a potencialidade do método empregado. As características que se desejam explorar durante as observações de superfície é que irão determinar a opção do melhor método a ser utilizado para reconstruir uma superfície. Para uma primeira observação sobre o arrancamento das fibras para uma amostra de material unidirecional, é possível visualizar a fragilidade do material durante a aplicação de tensões transversais à direção das fibras.



Figura 3. Imagens reconstruídas de superfícies de fratura de materiais compósitos do tipo CFRP, pelo método de variação de foco.

As observações sobre o arrancamento das fibras mostram a grande diferença em altura produzida por esse modo de fratura, e a dificuldade de realizar uma análise de rugosidade da superfície. Para uma análise mais detalhada utilizando um maior aumento foram realizadas reconstruções por paralaxe.

Um resultado obtido é mostrado na Figura 4, e demonstra que para regiões com alta rugosidade é necessário fazer algumas adequações ao método para melhorar a qualidade dos resultados.



Figura 4. Imagem reconstruída de compósitos do tipo CFRP obtida pelo método da paralaxe. A esquerda a imagens original e à direita a imagem reconstruída.

A região da amostra escolhida para a reconstrução apresenta uma rugosidade com variação em altura pequena se comparada com a região com fibras expostas. Mesmo assim, a qualidade da imagem reconstruída apresenta uma fidelidade razoável com a imagem original. Isso mostrou a necessidade de avaliar os procedimentos durante a aquisição das imagens.

Para a obtenção de um par estéreo é preciso manter a região a ser analisada centralizada na imagem mesmo após a inclinação da amostra. O ideal seria que as imagens fossem adquiridas na posição eucêntrica, na câmera do MEV. Esse posicionamento pode ser entendido como se a região de interesse estivesse fixada ao eixo central de uma esfera: gualquer inclinação manteria a região central no centro da observação, permitindo um perfeito alinhamento mesmo após inclinações nos sentidos horário e anti-horário. Embora nem todos os microscópios possuam estágios eucêntricos, para permitirem a observação de amostras com tamanhos variáveis, é possível calibrar o posicionamento do porta-amostra para que seu posicionamento seja eucêntrico, permitindo a inclinação sem o afastamento da região de interesse de sua posição central, o que facilita o alinhamento das imagens. Outro fator a ser investigado se refere ao posicionamento da amostra no interior da câmera do MEV. Geralmente a amostra é posicionada em uma posição horizontal, perpendicular ao feixe eletrônico, e o detector de elétrons secundários está em uma posição inclinada à esquerda do feixe, limitando o ângulo de inclinação, no sentido horário, em 10°, para evitar o contacto entre a amostra e o detector. Como os ângulos utilizados são iguais nos dois sentidos, foi imposto que uma inclinação da amostra não pode ultrapassar esse valor. Para verificar esse limite, amostras de cobre, alumínio e compósito foram inclinada em ±6°, para averiguar esse limite.

O resultado esperado era que as imagens inclinadas no sentido anti-horário ficassem com maior brilho, pois um número maior de elétrons secundários consegue atingir o detector para a formação da imagem durante uma inclinação no sentido anti-horário. No sentido horário, as imagens ficam mais escuras, com menor brilho, pois a inclinação não favorece a chegada de elétrons no detector, para a formação

da imagem. As Figuras 5 e 6 mostram os histogramas resultantes para cada inclinação das imagens.

As imagens digitais são adquiridas por sensores, na forma de sinais elétricos, e são formadas por uma distribuição de radiação luminosa em um plano, onde cada ponto em forma de arranjo bidimensional, chamado de "pixel", armazena o valor médio da radiação para aquela posição. Os vários tipos de imagem existentes são diferenciados pela quantidade de memória alocada para cada ponto. As imagens do tipo cinza, utilizadas em microscopia, alocam 1 byte para cada pixel, permitindo o registro de 256 níveis de cinza, num intervalo de zero (preto) a 255 (branco). O histograma representa a frequência com que um determinado nível de cinza é encontrado na imagem e é representado pelo gráfico da freqüência em função do nível de cinza. A informação se refere a freqüência, sem se importar com a localização e, portanto, sua representação não se altera com a rotação da imagem. Cada imagem possui um único histograma, mas um histograma pode representar mais de uma imagem.

Embora o histograma não seja uma assinatura da imagem, fornece informações importantes a seu respeito. Se o brilho ou contraste de uma imagem forem alterados, a comparação dos histogramas antes e depois, vai mostrar apenas um deslocamento ao apresentar uma imagem mais clara ou escura, mas manterá a distribuição de freqüências, pois a imagem visualizada é igual a anterior, exceto pelo alteração em brilho. Quando a distribuição de freqüências se altera, a forma do histograma se altera indicando que a imagem observada não é igual a anterior. Uma distribuição diferente de freqüências só acontece quando características novas estão sendo introduzidas e visualizadas nessa nova imagem.

Na Figura 5 são apresentados os histogramas de cada uma das imagens de uma amostra de cobre, que rompeu de modo dúctil, inclinada em ±6°. Esses histogramas, assim como os referentes as amostras de alumínio e compósito unidirecional, mostram apenas os deslocamentos das curvas para a direita e a esquerda, caracterizando o aumento ou a diminuição do brilho da imagem. O mesmo resultado porém não se repetiu para o compósito multidirecional, que apresenta as fibras de carbono expostas na superfície devido ao arrancamento.

A Figura 6 mostra os histogramas para cada imagem do compósito multidirecional, nos sentidos horário e anti-horário.

No sentido anti-horário, o comportamento dos histogramas é igual ao das amostras com pequena rugosidade, há um deslocamento para a direita, devido ao aumento do brilho das imagens, mas mantendo o mesmo perfil da curva. No sentido horário, a amostra se torna mais escura pela oposição da superfície em relação à posição do detector. Mas uma alteração no perfil da curva demonstra que a superfície analisada não é a mesma que a da região original, a distribuição dos níveis de cinza indica a presença de outras características acrescidas á superfície. Isso é explicado pela influência da topografia da amostra, com a contribuição de sua lateral na formação da imagem.

Histogramas - Cobre



Figura 5. Histogramas das imagens de superfície de fratura de amostras de cobre, inclinadas em $\pm 6^{\circ}$, nos sentidos anti-horário e horário, mostrando apenas o deslocamento das curvas para a direita e à esquerda, respectivamente.

Em função destes resultados, poderia se considerar a reconstrução com ângulos menores que até ±2° de inclinação, mas isso produziria uma projeção muito pequena (Figura 2), tanto à esquerda como à direita, dificultando o cálculo das alturas em cada ponto. Ao considerar as possibilidades de adaptar o método para a aquisição de imagens apenas no sentido anti-horário, com uma variação angular maior que 4°, obtivemos como resultado a imagem reconstruída apresentada na Figura 7.

Essa imagem reconstruída mostra que a opção por imagens em apenas um sentido de inclinação também é válida, mas também aponta para a necessidade de melhorias no programa utilizado para realizar a reconstrução.



Figura 6. Histogramas das imagens de superfície de fratura de materiais compósito, inclinadas em $\pm 6^{\circ}$, mostrando alteração de forma no sentido horário.



Figura 7. Imagem reconstruída a partir de um par estéreo com imagens obtidas em sentido antihorário, com uma diferença de 6º entre elas.

4 DISCUSSÃO

Pelos resultados encontrados pode-se afirmar que a reconstrução tridimensional de superfícies, acompanhada pelo mapa de elevações, é um processo que oferece muitas possibilidades a análise de rugosidade de superfícies de fratura. O método de reconstrução por foco variável apresenta uma imagem fiel da região observada, mas ressalvas devem ser feitas quanto ao tempo empregado durante a obtenção da pilha de imagens necessária para essa reconstrução e o aumento que se deseja para as observações.

O tempo para aquisição da pilha de imagens depende do intervalo de foco escolhido para a reconstrução. Supondo que sejam necessárias 100 imagens, deve-se pensar que 100 arquivos serão gerados durante o processo. Se a aquisição for realizada de maneira automática, com microscópio óptico dotado de estágio motorizado e que permita ser programado, essa dificuldade desaparece e a qualidade do resultado compensa todo esforço realizado.

O método da paralaxe ainda reguer algumas modificações para reconstruir superfícies com alta rugosidade. A grande diferença em altura produzida pelo arrancamento, em materiais compósitos multidirecionais, impõe alguns limites durante a aquisição das imagens, principalmente quanto a manutenção da região central durante as inclinações. È importante verificar se o equipamento utilizado possui estágio eucêntrico e, se não for, buscar as instruções junto ao fabricante para calibrar o estágio para essa condição. O alinhamento das imagens é fundamental para o bom resultado da reconstrução e, esse é uma das etapas que devem ser alteradas na programação da rotina de processamento (plugin), pois a busca de regiões semelhantes nas imagens do par estéreo só produz um bom resultado quando a rugosidade da superfície é baixa. Quando se inclina uma superfície com alta rugosidade ocorrem sobreposições e ocultação de características que se afastam da condição de semelhança, e é exatamente a diferença nas projeções encontradas que permite o cálculo da altura pontualmente. O alinhamento deve ser feito considerando a parte central das imagens, que é a região da qual se procurou manter o posicionamento, e assumir o alinhamento total a partir desse alinhamento central. As projeções deveriam ser medidas a partir da comparação pixel a pixel das imagens, com a vantagem de se calcular a altura em pixel, que pode ser convertida para a uma unidade de medida de acordo com a calibração fornecida com a imagem.

5 CONCLUSÕES

A reconstrução tridimensional de superfícies de fratura é uma maneira eficiente de análise fractográfica para fratura de materiais compósitos do tipo CFRP, reforçado com fibras contínuas de carbono. Os métodos utilizados, como variação de foco e paralaxe, apresentam vantagens e desvantagens que devem ser consideradas antes de se optar pelo mais conveniente. Algumas alterações sugeridas para ao programa de reconstrução por paralaxe, embora visem uma melhor qualidade nos resultados, podem significar um aumento no tempo de processamento.

Agradecimentos

Agradecemos ao Dr. Gerson Marinucci pelo fornecimento das amostras de compósito e ao Dr. Rogério Hein, pela ajuda no método de foco variável.

REFERÊNCIAS

- 1 TOMITA, Y.; TEMPAKU,M. Effect of fiber strength on tensile fracture of unidirectional long carbon fiber-reinforced epoxy matrix composites. Materials Characterization, v. 38, p. 91-96, 1997.
- 2 MORIOKA, k.; Tomita, Y. Effect of lay-out sequences on mechanical properties and fracture behavior of CFRP laminate composites. Materials Characterization, v. 45, p. 125-136, 2000.
- 3 PURLOW, D. Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites. Composites, v. 17, p.289-303, 1986.
- 4 SHIKHMANTER, L.; CINA, B.; ELDROR, I. Fractography of multidirectional CFRP composites tested statically. Composites, v. 22, n.6, p. 437-444,1991.
- 5 LIENKAMP, M.; EXNER, H. E. Assessment of overload profiles and interfacial shear strength in unidirectional fibre composites via quantitative fractography. Materials Science and Technology, v. 10,526-530, 1994.
- 6 AMMANN, J. J.; HEIN, L. R.; NAZAR, A. M. Three-dimensional reconstruction of fracture surfaces. Materials Characterizations, v. 36, p. 379-386,1996.
- 7 HEIN, L. R. O. Quantitative fractography by digital image processing: NIH image macro tools for stereo pair analysis and 3-D reconstruction. Journal of Microscopy, v. 204, p. 17-28,2001.
- 8 Lucena, E. F. Estudo de algoritmos para reconstrução de relevos de superfícies irregulares: aplicação na fractografia quantitativa e caracterização de materiais. Universidade Estadual Paulista Campus de Guaratinguetá, Fevereiro, 2004.