

L. Utrera<sup>a</sup>, F.J. Pérez<sup>b</sup>, F.J Botana<sup>a</sup>, M. Botana-Galvín<sup>b</sup><sup>a</sup> Titania, Ensayos y Proyectos Industriales S.L., El Puerto de Santa María (Cádiz), 11500, España<sup>b</sup> Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química Inorgánica, Grupo de Corrosión (Labcyp), Universidad de Cádiz, Escuela Superior de Ingeniería, Puerto Real (Cádiz), 11519, España

## Estrategias en el análisis de muestras de materiales compuestos para la cuantificación de porosidad mediante análisis de imagen

### RESUMEN

#### Historia del artículo:

Recibido 5 de Mayo 2017

En la versión revisada 5 de Mayo 2017

Aceptado 31 de Mayo 2017

Accesible online 21 de Junio 2017

#### Palabras clave:

Huecos

Poros

Microscopía

La porosidad y los huecos son un tipo de defectología que puede aparecer durante la fabricación de estructuras de materiales compuestos. Su posible presencia es chequeada en piezas de producción mediante distintas técnicas no destructivas basadas en la inspección de ultrasonidos. Es importante realizar este chequeo, pues un alto contenido de estos defectos reduce, respecto al diseño original, las propiedades mecánicas. La microscopía óptica de materiales compuestos se ha convertido en los últimos años en una herramienta muy potente a disposición de la industria para visualizar la estructura interna y ayudar a llegar a conclusiones en el ámbito de la calidad, análisis de fallos e I+D+i.

Adicionalmente, el empleo de técnicas de barrido automáticas de amplias secciones transversales ha abierto la posibilidad de cuantificar el porcentaje de porosidad/huecos, de forma alternativa a procedimientos de ensayos más laboriosos como la digestión ácida de las resinas.

Este estudio incorpora aportaciones a normativas de ensayos existentes dentro del sector aeronáutico, en la estrategia de preparación de muestras. Para ello se han analizado muestras de matrices epoxi con fibras de carbono, tanto cintas unidireccionales como tejidos, para evaluar la influencia de la calidad de preparación de muestras, la orientación de los apilamientos y niveles de partida de porosidad, en la repetibilidad de las medidas y calidad de los resultados.

Se ha intentado correlacionar los resultados del método microscópico con las técnicas procedentes de análisis físico/químicos.

## Strategies in the analysis of samples of composites for the quantification of porosity by image analysis from optical microscopy

### ABSTRACT

#### Keywords:

Voids

Pore

Microscopy

Porosity and voids are a type of defect that may appear during the manufacturing of composite structures. Its possible presence is checked in production parts by different non-destructive techniques based on ultrasonic inspection. It is important to perform this evaluation considering that a high content of these defects decrease the mechanical properties compared to the original design.

In recent years, optical microscopy of composite materials has become a very powerful tool, which is available for the industry to inspect and look at the internal structure and help to reach conclusions in the field of quality, failure analysis and I+D+i.

In addition, the use of automatic scanning techniques of wide cross sections has opened the possibility of quantifying the percentage of porosity/voids, as well as become an alternative to more laborious testing procedures such as acid digestion of the resins.

This study contributes to existing test standards within the aeronautical sector, in the sample preparation strategy. For this purpose, samples of epoxy matrices with carbon fibers, both unidirectional and fabric tapes have been analyzed to evaluate the influence of the quality of sample preparation, the stacking sequence and the initial porosity levels, the repeatability of the measurements and the quality of the results.

An attempt has been made to correlate the results with standar physical / chemical analysis.

## 1 Introducción

Debido a la naturaleza de los materiales compuestos pueden surgir problemas durante su manipulación y fabricación que dan como resultados diversos defectos, algunos de los cuales se encuentran ocultos y requieren de técnicas específicas para su caracterización. Algunos de estos defectos son: contenido en huecos y porosidad, delaminaciones, grietas y daños por impacto. La caracterización e identificación de dichos defectos, como los que se muestran en las figuras 1 y 2, es importante para determinar la calidad interna de la estructura, ya que estos pueden llegar a tener un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas del material [1].



Figura 1. Microgrietas [2]

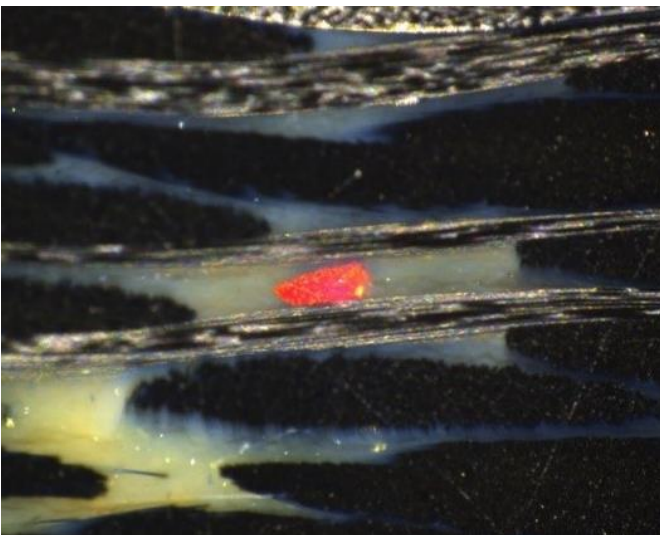


Figura 2. FOD[2].

Trabajos previos [3] ponen de manifiesto cómo varían las propiedades mecánicas en función del contenido en poros. Así, en la Figura 3a, se aprecia cómo varía la resistencia a la cizalladura interlaminar con respecto al contenido en poros. Por su parte la Figura 3b ilustra la relación existente entre la pérdida de resistencia a compresión y el contenido en poros. En ambas gráficas, se observa cómo un contenido en poros del un 2% tiene ya un impacto significativo sobre las

propiedades. La resistencia a la tracción longitudinal, que es una propiedad mecánica dependiente de la fibra, se encuentra mínimamente afectada, en cambio, las propiedades dependientes de la matriz, tales como la resistencia a la flexión, la resistencia a la cizalladura interlaminar, y la resistencia a compresión, se degradan con el aumento del contenido en poros.

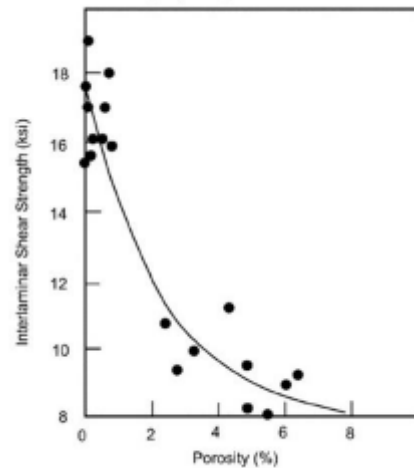


Figura 3. a) Resistencia a cizalladura interlaminar vs %poros [3]

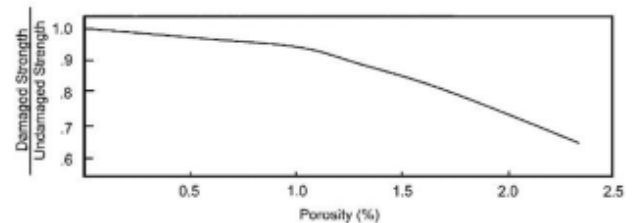


Figura 3. b) Resistencia a compresión vs %poros [3]

Para llevar a cabo la cuantificación de poros, una de las técnicas más empleadas es la digestión ácida, donde el ácido se utiliza para romper los enlaces de las cadenas que componen la matriz y facilitar su eliminación. Esta prueba podría proporcionar un valor más fiable [4].

Una aproximación alternativa es el empleo de la microscopía óptica con análisis de imagen; se trata de una técnica visual y, si es utilizada para inspeccionar el interior de las muestras, pasa a ser destructiva [5]. Esta técnica permite analizar la forma y distribución de los huecos/poros. Es una técnica ampliamente utilizada en la industria pero también tiene un error en la sección inherente, asociada al análisis de secciones transversales bidimensionales (2D) de las muestras.

Se considera porosidad (Figura 4) a aquellos poros que presentan un tamaño igual o inferior a 0,2mm, extendiéndose generalmente en una región mayor. Los huecos (Figura 5), son poros cuyo tamaño es mayor a 0,2mm y normalmente se encuentran de forma aislada.



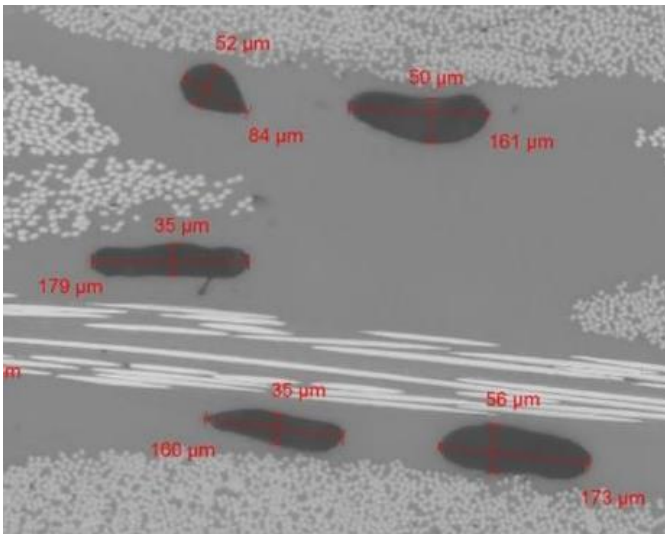


Figura 4. Porosidad

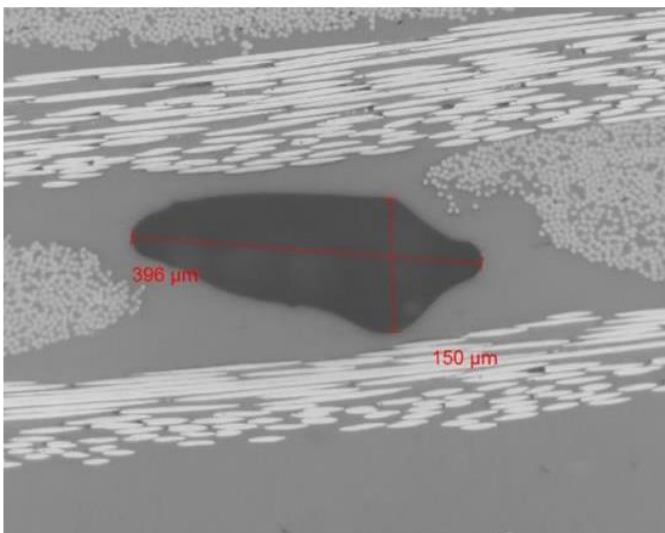


Figura 5. Hueco

El objetivo de este trabajo es profundizar en el desarrollo y mejora del procedimiento por análisis de imágenes en materiales compuestos aeronáuticos para determinar el contenido en poros, estudiar el mismo empleando técnicas ópticas en planos paralelos y secciones tomadas a distintos ángulos, y comparar con la técnica clásica de digestión ácida. Para esto se trabajó sobre la mejora de la preparación materialográfica de las probetas de material compuesto, en aras de automatizar la detección de los poros por el software de análisis de imágenes; y la transición desde los montajes micrográficos manuales a los automáticos.

## 2 Metodología

El método de la digestión ácida consiste en la disolución de la matriz mediante un ácido para, posteriormente, emplear los pesos y densidades de los constituyentes, con objeto de calcular el contenido en poros. Este método asume los valores teóricos de densidad de fibra y resina, debido a esto, se puede obtener incluso un valor de contenido en poros negativo. A pesar de que este método da un contenido en poros total, no aporta información acerca de la distribución de la porosidad. Además de la tasa de porosidad, este procedimiento permite obtener también el contenido en fibras y resinas.

El método del análisis automático de imágenes, consiste en determinar la relación existente entre el área de los poros y el área total de la superficie analizada, a partir de una imagen fotomontada. Además del contenido en poros, permite obtener la distribución, tamaño y forma de éstos. La imagen fotomontada se obtiene mediante microscopio óptico que disponga de una pletina motorizada en los tres ejes y una cámara de alta resolución.

El principal defecto que presenta el método microscópico frente al resto de técnicas es la obtención de un valor tridimensional a partir de imágenes de secciones bidimensionales.

Al utilizar el método microscópico, el contenido en poros, se determina a partir de una fracción de áreas.

$$\text{Contenido en poros (\%)} = 100 * \frac{A_{\text{poros}}}{A_{\text{total}}} \quad (2)$$

### 2.1 Muestras

Se han empleado un total de 7 paneles de material compuesto utilizados en aeronáutica a los que se les ha realizado la determinación del contenido en huecos, tanto por microscopía óptica como por digestión ácida. Los materiales sometidos a estudio han sido el tejido W3T-282-42°-F593 y cinta unidireccional AS4/8552 RC34 AW194, ambos preimpregnados en resina epoxy.

Para mejorar la información aportada por el método microscópico, se han extraído un mayor número de secciones de las recomendadas para cada una de las piezas.

- La dirección L es paralela a la dirección de la cinta unidireccional en los laminados sin cambio de orientación y formados exclusivamente por cintas. En los casos en los que el laminado cambie de orientación o esté formado por tejidos, esta dirección será paralela al lado de mayor longitud de la muestra.
- La dirección LT corresponde a la dirección perpendicular y coplanar a la dirección L.
- La dirección ST es normal al plano formado por las direcciones L y L-LT.



La figura 6 muestra los distintos planos de corte practicados a las muestras.

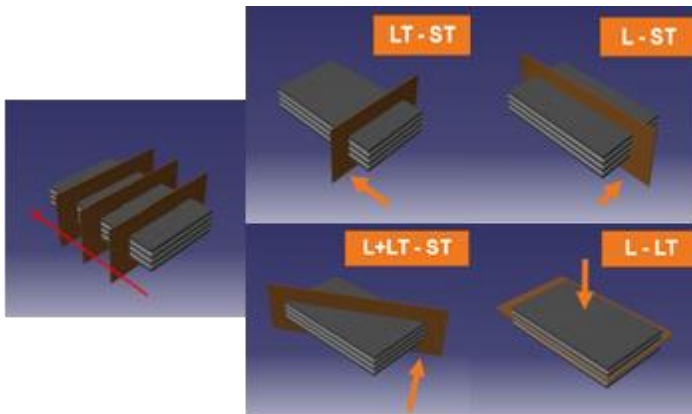


Figura 6. Planos de corte

## 2.2 Preparación de muestras

Tanto el corte como la embutición son etapas críticas para el posterior análisis de la muestra. La finalidad de ambas es en la obtención de una pastilla de la probeta o probetas que se desean examinar, con el propósito de facilitar tanto las etapas de preparación superficial como la inspección microscópica.

La resina epoxi de curado en frío es la más adecuada para rellenar el molde, pues presenta una buena retención de

bordes indispensable en la medición de los poros. Las resinas de curado en caliente no pueden ser empleadas, ya que la temperatura afectaría a la matriz.

### 2.2.1 Lijado y pulido

El lijado permite obtener una superficie con una calidad aceptable para la realización de macrografías. Se han realizado lijados progresivos, pasando de lijas con granos más gruesos a lijas con granos más finos, empleándose agua como lubricante.

El pulido permite obtener una superficie apropiada para la inspección microscópica. En este caso se emplea un paño de pulido de seda natural. En la etapa de pulido, el tiempo y la fuerza son críticos, pues de no ser adecuados pueden ocasionar la presencia de redondeo de los bordes y la formación de relieves en la superficie de la pastilla.

A lo largo de las diversas etapas de lijado y pulido, la superficie objeto de estudio va variando (Figura 7). Cada etapa de lijado y pulido mejora considerablemente el acabado superficial de la pastilla, siendo el pulido, la fase que confiere al plano la reflexión necesaria para llevar a cabo la inspección microscópica

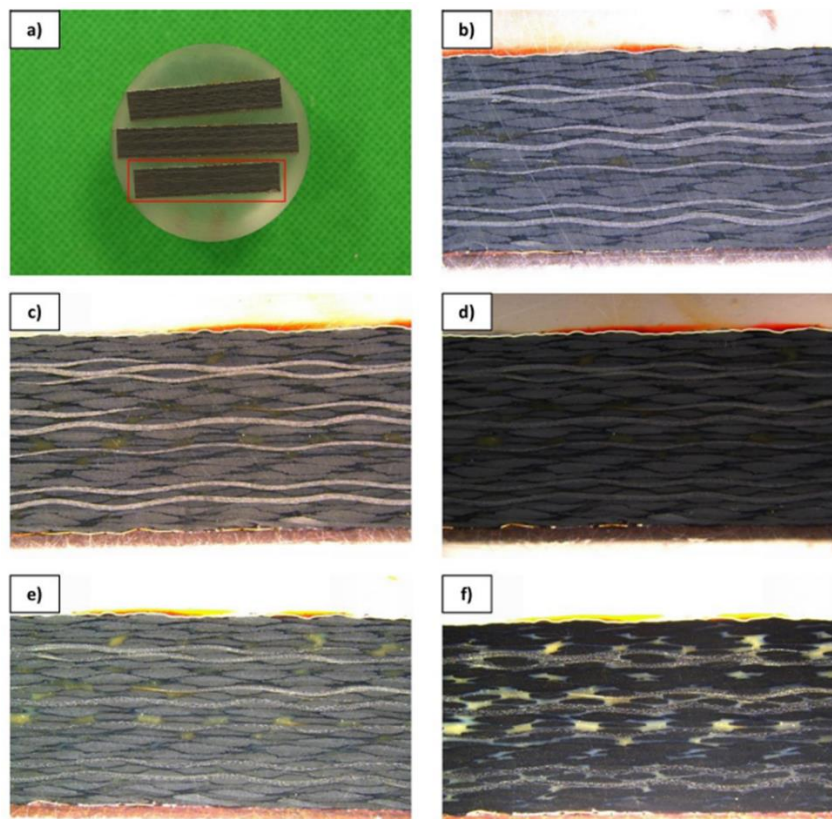


Figura 7. Evolución de la muestra durante de la preparación

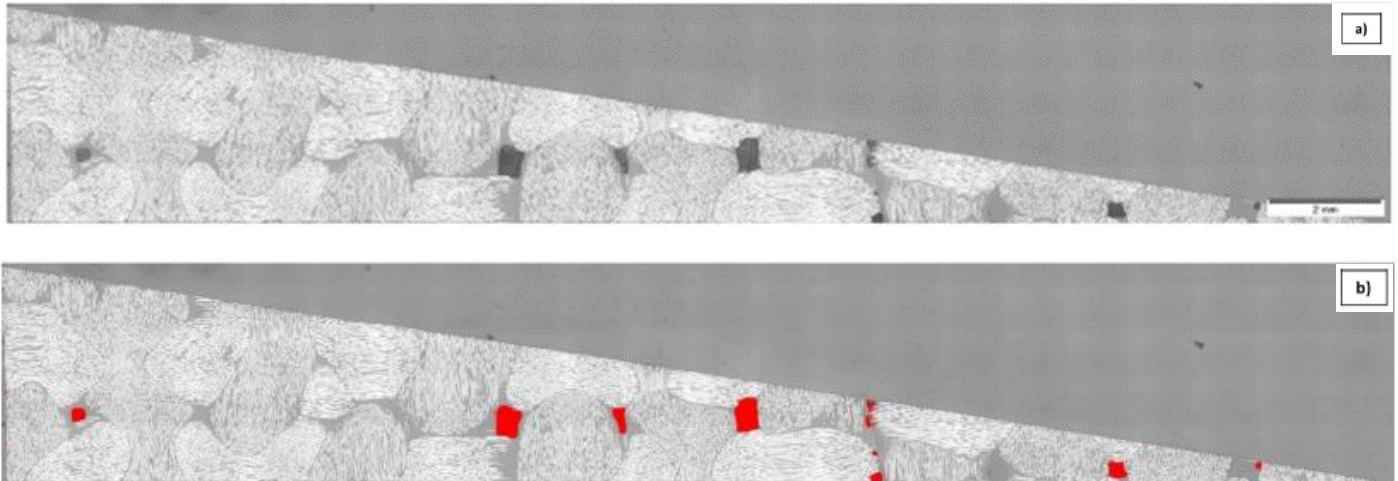


### 3 Resultados

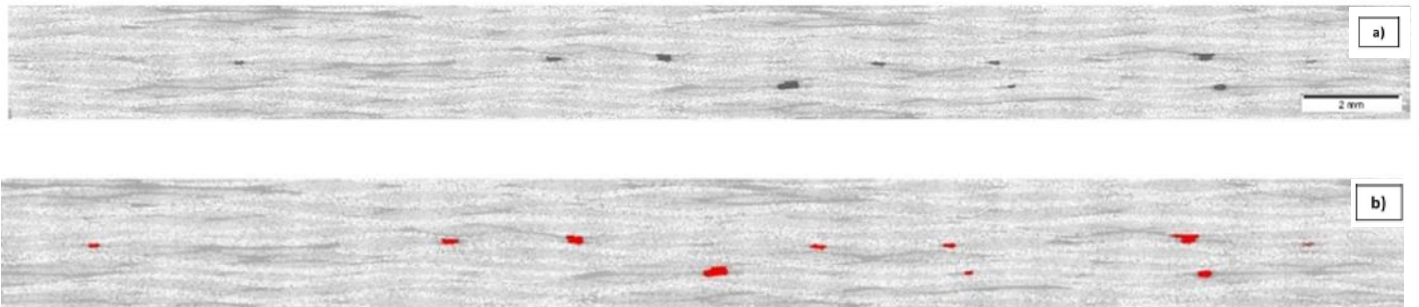
#### 3.1 Microscopía

Los poros son detectados gracias a la diferencia en la tonalidad de grises que presentan con respecto al resto de elementos de la imagen fotomontada. Las siguientes imágenes (Figuras 8, 9,

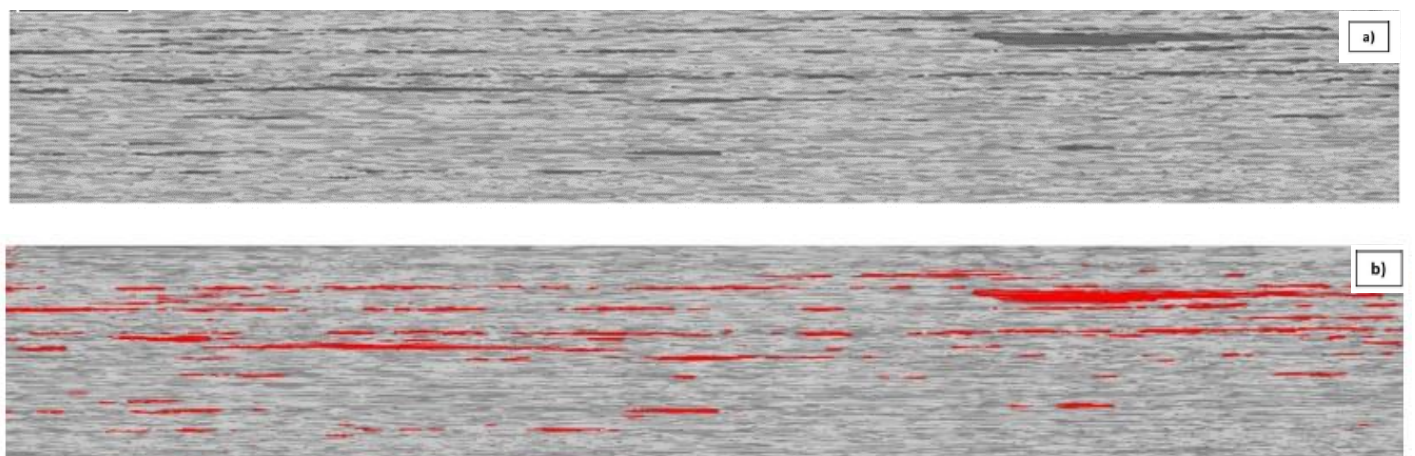
10 y 11) muestran, en color rojo, los poros detectados por el software de análisis.



**Figura 8.** Imagen representativa de Plano L-LT: a) sin detección de poros activada, b) con detección de poros (x100)

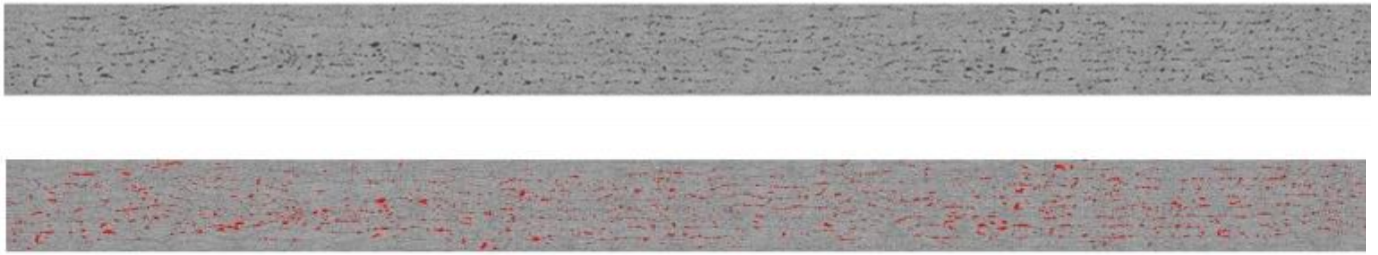


**Figura 9.** Imagen representativa de Plano L-LT-ST: a) sin detección de poros activada, b) con detección de poros (x100)



**Figura 10.** Imagen representativa de Plano L-ST: a) sin detección de poros activada, b) con detección de poros (x100)





**Figura 11.** Imagen representativa de Plano LT-ST: a) sin detección de potos activa, b) con detección de poros (x100)

Se observa que al variar la profundidad del plano de pulido se obtienen cambios significativos del contenido en poros en las tres probetas de orientación L-ST, debido a la forma de “aguja” que presentan los poros.

Tanto las orientaciones L-LT como LT-ST no presentan variaciones apreciables del contenido en poros con respecto a la profundidad del plano inspeccionado. Este comportamiento se mantiene para valores relativamente bajos de porosidad, pero a medida que aumenta la porosidad detectada también aumenta las diferencias entre los resultados de probetas con distintas orientaciones obtenidas de la misma muestra, y entre distintos planos de pulido tomados de una misma probeta.

### 3.2 Comparativa microscopía y digestión ácida

Se ha realizado la comparativa de 5 paneles con cambios de orientación en su apilado, siendo los paneles 1 y 2 de tejido y 3, 4 y 5 de cinta unidireccional. Los valores medios del método microscópico se obtuvieron calculando la media aritmética de los distintos contenidos en poros tomados para cada pieza, ya fuese variando la profundidad de la orientación de las mediciones, ya que se demostró que no había cambios significativos para la misma pieza. En la tabla 1 se exponen los valores comparativos.

	Contenido en poros (%)			
	Microscópico		Digestión ácida	
	Valor	$\sigma$	Valor	$\sigma$
Panel 1	0.02	0.01	0.42	0.11
Panel 2	0.06	0.06	0.47	0.23
Panel 3	0.03	0.02	0.41	0.05
Panel 4	0.02	0.01	0.40	0.05
Panel 5	0.04	0.01	0.32	0.05

**Tabla 1.** % Poros microscopía vs digestión ácida

Los valores medios del contenido en poros de las cinco piezas medidas mediante el análisis automatizado de imágenes es muy bajo, menor del 0.10%. En cambio, a través del

procedimiento físico-químico, el contenido en poros es mayor, oscilando el valor medio entre 0.30% y 0.50%. Destacar que la dispersión de las mediciones, empleando el método microscópico, es menor que la dispersión obtenida mediante el procedimiento de digestión ácida para estas cuatro piezas.

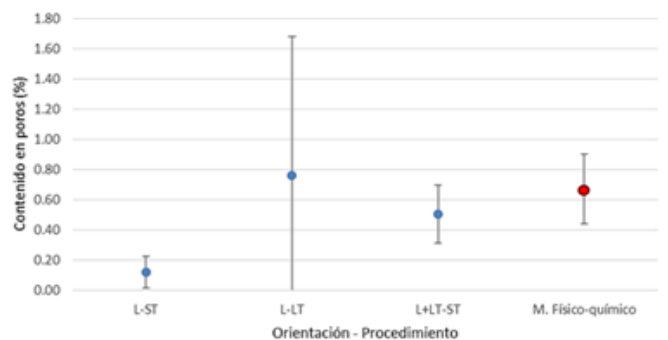
Igualmente se han analizado paneles con un alto contenido en poros y laminado unidireccional a 0°:

- Panel de 13 capas de tejido plano y apilado a 0°.

La tabla 2 y la figura 12 contienen los resultados del análisis realizado a la pieza de 13 capas.

Procedimiento	Orientación	Contenido en poros (%)	
		Valor	$\sigma$
M. Microscópico	L-ST	0.12	0.11
	L-LT	0.76	0.92
	L+LT-ST	0.51	0.19
M. Físico-químico	-	0.67	0.23

**Tabla 2.** % Poros microscopía vs digestión ácida



**Figura 12.** Gráfica comparativa digestión ácida vs microscopía



- Panel de 11 capas de cinta unidireccional y apilado a 0°

Las figuras 15 y 16 contienen los resultados del análisis realizado a un panel de 11 capas.

Procedimiento	Orientación	Contenido en poros (%)	
		Valor	$\sigma$
M. Microscópico	L-ST	3.95	0.99
	L-LT	4.89	0.01
	LT-ST	3.58	0.08
	L+LT-ST	3.88	0.22
M. Físico-químico	-	2.96	1.11

Figura 15. % Poros microscopía vs digestión ácida

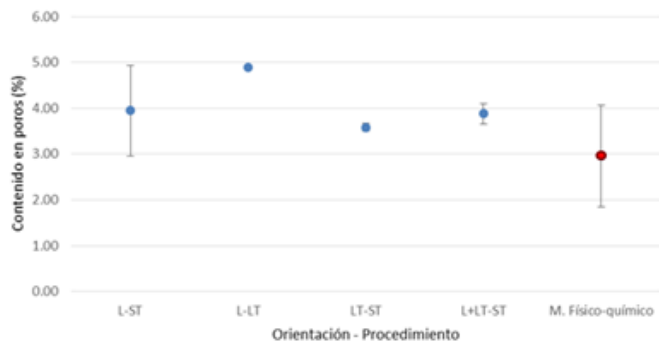


Figura 16. Gráfica comparativa digestión ácida vs microscopía

## 4 Conclusiones

En este trabajo se ha realizado un estudio comparativo de técnicas de ensayos físico-químicas y de microscopía óptica / análisis de imagen para la cuantificación del porcentaje en huecos de laminados de fibra de carbono unidireccional y tejida.

Se ha optimizado el procedimiento materialográfico de preparación de muestras, que es la etapa crítica para la obtención de imágenes de alta resolución, libre de defectos artificiales, y que genere un buen contraste para la cuantificación por análisis de imagen de secciones transversales amplias.

Se ha analizado si existían diferencias en el contenido huecos y porosidad a través de varios planos de corte y niveles de profundidad. En aquellos paneles que presentaban una baja tasa de porosidad (<0,1%), no se han encontrado variaciones en las mediciones. Sin embargo, en porcentajes de porosidad por encima del 2% existe dispersión de medidas en función de la orientación y el plano de corte seleccionado, siendo más crítico el efecto de la orientación.

Con los resultados obtenidos en los distintos ensayos realizados no se correlaciona de forma directa las medidas obtenidas entre el método microscópico y el de digestión ácida, se concluye que ambos métodos se comportan como

complementarios: mientras que la digestión ácida aporta información muy general sobre un volumen de probeta (3D), el método microscópico ofrece una mejor caracterización morfológica de la muestra ensayada, pero sus resultados se limitan a una superficie 2D.

Cuando las muestras presentan baja porosidad, las medidas realizadas en el microscopio son más fiables que las obtenidas por el método de digestión. Esto es debido al propio error implícito y recogido por la normativa de ensayo ( $\pm 1\%$ ) asumiendo el uso de datos teóricos para la densidad.

Cuando las muestras presentan alta porosidad, la microscopía las conclusiones de este estudio recomiendan que se realicen medidas adicionales en nuevos planos de distintas orientaciones, con objeto de obtener valores más representativos.

## Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través del Programa FEDER-INTERCONNECTA del Centro para el Desarrollo Tecnológico Industrial (CDTI) y cofinanciado por el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), con número de expediente "ITC-20151137"

## Referencias

- [1] John Eric Little, Xiaowen Yuan, Marklan Jones, Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials. 46 (2012) 122–127
- [2] Brian S. Hayes and Luther M. Gammon. "Optical Microscopy of Fiber-Reinforced Composites". 1st Ed., Ohio, USA, ASM International, (2010). ISBN: 978-1-61503-044
- [3] F. C. Campbell. "Structural Composite Materials". 1st Ed., Ohio, USA, ASM International, (2010). ISBN: 978-1-61503-037-8.
- [4] M. H. Hassan & A. R. Othman & S. Kamaruddin, The use of response surface methodology (RSM) to optimize the acid digestion parameters in fiber volume fraction test of aircraft composite structures 10.1007/s00170-016-9683-0
- [5] Ling Liu, Bo-Ming Zhang, Dian-Fu Wang, Zhan-Jun Wu, Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates. 73 (2006) 303–309

