



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**CARACTERIZAÇÃO ESPACIAL E SIMULAÇÃO MICROESTRUTURAL DE
COMPÓSITOS UNIDIRECIONAIS**

VICTOR ANSARAH MANCINI

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Reatores

Orientador:
Prof. Dr. Roberto Navarro de Mesquita

#

São Paulo
2021

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Caracterização espacial e simulação microestrutural de compósitos
unidirecionais**

Versão Original

Versão Original disponível no IPEN

VICTOR ANSARAH MANCINI

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Reatores**

**Orientador:
Prof. Dr. Roberto Navarro de Mesquita**

**São Paulo
2021**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

MANCINI, V. A. ***CARACTERIZAÇÃO ESPACIAL E SIMULAÇÃO MICROESTRUTURAL DE COMPÓSITOS UNIDIRECIONAIS***. 2020. 75 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN, São Paulo. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Mancini, Victor Ansarah
CARACTERIZAÇÃO ESPACIAL E SIMULAÇÃO MICROESTRUTURAL DE
COMPÓSITOS UNIDIRECIONAIS / Victor Ansarah Mancini; orientador
Roberto Navarro de Mesquita. -- São Paulo, 2020.
75 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear (Reatores) -- Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2020.

1. Compósitos. 2. Simulação Microestrutural. 3. Estatística
Espacial. 4. Processamento de Imagens. 5. Transformada
Circular de Hough. I. Mesquita, Roberto Navarro de, orient.
II. Título.

*"A simplicidade é o último
degrau da sabedoria."
(Khalil Gibran)*

RESUMO

MANCINI, V. A. Caracterização espacial e simulação microestrutural de compósitos unidirecionais. 2020. 75 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN – CNEN/SP. São Paulo.

O presente trabalho tem por objetivo apresentar uma metodologia para a caracterização microestrutural de um material compósito a partir da técnica de processamento de imagens. Inicialmente foram obtidas imagens por microscopia óptica da seção transversal de um laminado unidirecional, em que se aplicaram o algoritmo da transformada circular de Hough para detecção das fibras e geração de máscaras binárias da microestrutura. A fração volumétrica local de fibra foi determinada pelas técnicas de contagem de pixels unitários e de razão entre áreas. A distribuição espacial das fibras foi analisada por métricas de estatística espacial, como distribuição dos vizinhos mais próximos, função intensidade de segunda ordem e função distribuição radial. A metodologia proposta apresentou como principal vantagem a capacidade de prover informações sobre a variação da fração volumétrica e da distribuição espacial de fibra ao longo da microestrutura do material compósito, podendo ser utilizada em análise e simulação micromecânica.

Palavras-chaves: Compósitos, Processamento de Imagens, Transformada Circular de Hough, Padrão Espacial de Pontos, Estatística Espacial, Simulação Microestrutural.

ABSTRACT

MANCINI, V. A. Spatial characterization and microstructural simulation of unidirectional composites. 2020. 75 p. Thesis (Master's in Nuclear Technology) – Nuclear and Energy Research Institute – IPEN – CNEN/SP. Sao Paulo.

The main goal of this work is to present a methodology for the microstructural characterization of a composite material based on image processing techniques. Digital micrographs of the composite cross section were obtained from optical microscopy, which were processed by the circular Hough transform algorithm to detect fibers and to generate microstructural binary masks. The local fiber volume fraction was determined by the unitary pixels counting and area ratio techniques. Fibers spatial distribution was analyzed by spatial statistical metrics, such as nearest neighbor distribution, second-order intensity function and radial distribution function. The proposed methodology presented the advantage of providing data about volume fraction variation and fiber spatial distribution across the composite microstructure, which could be used in micromechanical analysis and simulation.

Keywords: Composites, Optical Microscopy, Image Processing, Circle Hough Transform, Spatial Statistics, Microstructural Simulation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diferentes formas de comercialização de fibras (GAY, 2015). . . .	15
Figura 2 – Diagramas tensão-deformação para várias fibras utilizadas como reforço em materiais compósitos (MALLICK, 2008).	15
Figura 3 – Arranjo dos átomos de carbono em um cristal de grafite (MALLICK, 2008).	16
Figura 4 – Distribuição geográfica de plantas de produção de fibra de carbono.	19
Figura 5 – Padrões de pontos completamente aleatórios: 10 realizações simuladas de um processo pontual de Poisson (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	25
Figura 6 – Simulações de padrões de pontos com intensidade homogênea. Esquerda: 50 pontos por unidade de área. Direita: 500 pontos por unidade de área (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	25
Figura 7 – Tricotomia clássica entre padrões de pontos regular (Esquerda), independente (Central) e clusterizado (Direita) (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	27
Figura 8 – Geometria da função K (Esquerda) e da função correlação de pares (Direita) (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	30
Figura 9 – Esquerda: distância ao vizinho mais próximo. Direita: distância do tipo <i>empty-space</i> , de um referencial fixo (+) ao ponto mais próximo.	32
Figura 10 – Ilustração do processo de <i>filament winding</i>	34
Figura 11 – Embutimento das amostras do compósito em resina acrílica translúcida.	35
Figura 12 – Ilustração do microscópio óptico utilizado para aquisição das imagens micrográficas.	36
Figura 13 – Esquerda: distância ao vizinho mais próximo. Direita: distância do tipo <i>empty-space</i> , de um referencial fixo (+) ao ponto mais próximo (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	42
Figura 14 – Problema do efeito de borda para ao se estimar a função F (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).	44
Figura 15 – Método <i>border</i> para correção dos efeitos de borda para a função K . As distâncias consideradas para cálculo da função são apenas aquelas avaliadas para pontos x_i que caem ao menos r unidades distantes do limite da janela. São esses os pontos que caem dentro da área sombreada $W_{\ominus r}$ (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015). .	46

Figura 16 – Micrografias obtidas da seção transversal do compósito (microscopia óptica, aumento 320x). Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.	51
Figura 17 – Imagem original do compósito (a), histograma das intensidades dos pixels da imagem original (b), em que a linha vertical representa o valor limiar obtido pelo método de Otsu, e máscara binária da microestrutura gerada após aplicação do método de Otsu (c). Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.	52
Figura 18 – Medições em pixels para cinco fibras de uma região escolhida aleatoriamente. Nota-se que o diâmetro das fibras encontra-se próximo ao informado pelo fabricante (1 pixel equivale a aproximadamente $0,20\ \mu\text{m}$).	53
Figura 19 – Distribuição amostral do diâmetro das fibras detectadas. Esquerda: histograma. Direita: gráfico quantil-quantil com linha da distribuição normal tracejada em vermelho.	54
Figura 20 – Superior: As fibras circuladas em vermelho foram detectadas pelo algoritmo CHT. As setas indicam defeitos na preparação da amostra. Inferior: Máscaras binárias geradas a partir das coordenadas de centro e raio de cada fibra detectada nas imagens originais. Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.	55
Figura 21 –	56
Figura 22 – Boxplots da fração volumétrica local de fibra obtida para as diferentes técnicas.	56
Figura 23 – Distribuição das distâncias dos 1^{os} (Esquerda) e 2^{os} (Direita) vizinhos mais próximos.	57
Figura 24 – Distâncias aos primeiros (a) e segundos (b) vizinhos mais próximos, normalizadas pelo dobro do raio médio das fibras. A linha tracejada representa o valor médio. Correlação negativa entre a fração volumétrica de fibra do compósito e a variância na distância aos primeiros (c) e segundos (d) vizinhos mais próximos.	58
Figura 25 – Relação entre a média (a) e a variância (b) das distâncias, e o n -ésimo vizinho mais próximo.	59
Figura 26 – Função $\hat{K}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	59

Figura 27 – Função $\hat{L}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	60
Figura 28 – Funções $\hat{F}(r)$ (Esquerda) e $\hat{G}(r)$ (Direita) avaliadas para o compósito. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	61
Figura 29 – Função distribuição radial $\hat{g}(r)$ (Esquerda) e função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (Direita). As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	62
Figura 30 – Esquerda: Configuração inicial de microestruturas simuladas. Direita: Configuração final de microestruturas simuladas após algoritmo de otimização. Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.	63
Figura 31 – Funções $\hat{K}(r)$ (a), $\hat{L}(r)$ (b), $\hat{G}(r)$ (c), $\hat{F}(r)$ (d), $\hat{g}(r)$ (e) e distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (f) calculadas para as microestruturas simuladas. As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	64
Figura 32 – Distribuição amostral do diâmetro das fibras para as microestruturas simuladas.	65
Figura 33 – Boxplot da fração volumétrica local de fibra obtida para as microestruturas simuladas.	66
Figura 34 – Distribuição das distâncias dos 1^{os} (Esquerda) e 2^{os} (Direita) vizinhos mais próximos.	67
Figura 35 – Distâncias aos primeiros (a) e segundos (b) vizinhos mais próximos, normalizadas por duas vezes o raio médio das fibras. A linha tracejada representa o valor médio. Correlação negativa entre a fração volumétrica de fibra do compósito simulado e a variância na distância aos primeiros (c) e segundos (d) vizinhos mais próximos.	68
Figura 36 – Relação entre a média (a) e a variância (b) das distâncias, e o n-ésimo vizinho mais próximo.	69
Figura 37 – Função $\hat{K}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	70
Figura 38 – Função $\hat{L}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	70

Figura 39 – Funções $\hat{F}(r)$ (Esquerda) e $\hat{G}(r)$ (Direita) avaliadas para as microestruturas simuladas. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	71
Figura 40 – Função distribuição radial $\hat{g}(r)$ (Esquerda) e função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (Direita). As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Estatísticas resumo para os valores limiares de intensidade de pixel obtidos para cada imagem do compósito pelo método de Otsu.	52
Tabela 2 – Estatísticas resumo para o conjunto dos raios das fibras detectadas. As medidas abaixo encontram-se em μm .	53
Tabela 3 – Estatísticas resumo para a fração volumétrica local de fibra obtida por diferentes técnicas.	54
Tabela 4 – Estatísticas resumo para o conjunto dos diâmetros das fibras das microestruturas simuladas. As medidas abaixo encontram-se em μm .	65
Tabela 5 – Estatísticas resumo para a fração volumétrica local de fibra avaliada para as microestruturas simuladas.	66

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CHT	Transformada Circular de Hough
CPRFC	Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibra de Carbono
CPU	Contagem de Pixels Unitários
CSR	Completa Aleatoriedade Espacial
FC	Fibra de Carbono
MBM	Máscaras Binárias da Microestrutura
PAN	Poliacrilonitrila
RA	Razão entre Áreas

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	Objetivos	13
2	MATERIAIS COMPÓSITOS E FIBRA DE CARBONO	14
2.1	Fibra de carbono	14
2.2	Compósitos reforçados com fibra de carbono	17
2.2.1	Visão global do mercado e da cadeia de suprimento	17
2.2.2	Principais aplicações	20
2.3	Caracterização microestrutural de materiais compósitos	20
2.3.1	Digestão ácida	22
2.3.2	Processamento e análise de imagens	22
3	PADRÃO ESPACIAL DE PONTOS E DESCRITORES ESTATÍSTI- COS	24
3.1	Processos Pontuais	24
3.1.1	Completa aleatoriedade espacial	24
3.2	Intensidade Espacial	25
3.2.1	Estimação da intensidade homogênea	25
3.3	Correlação Espacial	26
3.3.1	A função K	27
3.3.2	Função <i>pair correlation</i> g	29
3.4	Espaçamentos entre pontos em processos pontuais	30
3.4.1	Função G e função F	31
3.4.1.1	Definição da função <i>empty-space</i> F para um processo pontual es- tacionário	31
3.4.1.2	Definição da função distribuição de distância ao vizinho mais pró- ximo G para um processo pontual estacionário	32
4	METODOLOGIA	34
4.1	Fabricação do compósito	34
4.2	Processamento e análise de imagens	35
4.2.1	Preparação metalográfica	35
4.2.2	Aquisição de imagens micrográficas	36
4.2.3	Processamento das imagens micrográficas	36
4.2.3.1	Método de Otsu	37

4.2.3.2	Transformada circular de Hough	38
4.3	Descritores microestruturais	40
4.3.1	Fração volumétrica local de fibra	40
4.3.2	Distância e orientação aos vizinhos mais próximos	42
4.3.3	Funções K de Ripley e L de Besag	43
4.3.4	Funções G e F	44
4.3.4.1	Correção dos efeitos de borda para Função F	45
4.3.4.2	Correção dos efeitos de borda para Função G	47
4.3.5	Função <i>pair correlation</i> (Função g)	47
4.4	Simulação microestrutural	49
4.4.1	Descrição do algoritmo	49
5	RESULTADOS	51
5.1	Detecção de fibras por processamento de imagens	51
5.2	Caracterização espacial da microestrutura	54
5.2.1	Fração volumétrica local de fibra	54
5.2.2	Distâncias aos vizinhos mais próximos	56
5.2.3	Funções espaciais	57
5.3	Simulação microestrutural	62
5.3.1	Caracterização espacial das microestruturas simuladas	65
5.3.1.1	Fração volumétrica local de fibra	65
5.3.1.2	Distâncias aos vizinhos mais próximos	66
5.3.1.3	Funções espaciais	69
	REFERÊNCIAS	74

1 INTRODUÇÃO

Materiais compósitos poliméricos reforçados com fibra de carbono (CPRFC) têm sido amplamente utilizados em aplicações estruturais nas últimas décadas, devido à sua excelente relação entre elevadas rigidez e resistência mecânica versus baixa massa específica (MARINUCCI, 2011).

As propriedades mecânicas desses compósitos são prioritariamente influenciadas pela fração de fibra de carbono presentes em sua microestrutura, bem como pela distribuição espacial dessas fibras. A quantificação desses atributos microestruturais é essencial para o controle de qualidade do produto e otimização do processo de fabricação, permitindo a predição das propriedades do material através de análise e simulação micromecânica (MARINUCCI, 2011; CANN; ADAMS; SCHNEIDER, 2008; TRIAS et al., 2007).

Diversas técnicas têm sido utilizadas para determinação da fração volumétrica de fibra em CPRFC, sendo as de digestão química, termogravimetria e análise digital de imagens, as mais reportadas na literatura (MARINUCCI, 2011; CANN; ADAMS; SCHNEIDER, 2008; TRIAS et al., 2007). A técnica de análise de imagens viabiliza a quantificação das frações volumétricas locais de fibra e matriz, bem como análise do tamanho, morfologia e distribuição espacial de fibras em regiões de interesse do compósito (CANN; ADAMS; SCHNEIDER, 2008; TRIAS et al., 2007).

Para a quantificação automática da fração volumétrica de fibra, Cann et al. (CANN; ADAMS; SCHNEIDER, 2008) elaboraram duas técnicas baseadas nos níveis de intensidade em escala de cinza da imagem. A primeira técnica baseia-se na limiarização (thresholding) da imagem, em que a partir de um valor limiar a imagem é binarizada resultando em pixels com valores 0 (pretos) e 1 (brancos) atribuídos respectivamente à matriz epoxídica e às fibras de carbono. A segunda técnica baseia-se em detecção de bordas e perfaz uma contagem de todas as fibras capturadas na imagem para estimar a fração volumétrica do compósito, considerando o mesmo raio para todas as fibras.

Com relação à caracterização espacial das fibras, diversos descritores estatísticos têm sido reportados em trabalhos recentes (TRIAS et al., 2007; VAUGHAN; MCCARTHY, 2010; PYRZ, 1994a; PYRZ, 1994b), com o objetivo de estudar e quantificar a aleatoriedade em microestruturas observadas experimentalmente. Isso porque, convencionalmente, a análise micromecânica de materiais compósitos parte

da hipótese de que o arranjo espacial das fibras no material é periódico, o que não se observa na prática.

Pyrz (PYRZ, 1994a) mostrou que as suposições de completa aleatoriedade ou perfeita regularidade podem não ser adequadas ao se caracterizar o padrão espacial presente na microestrutura do material, em particular de um compósito grafite/epóxi. Suas observações também o motivaram a investigar a correlação entre concentração de tensão e a distância de separação entre fibras em um material compósito (PYRZ, 1994b). Foi mostrado que as distâncias dos vizinhos mais próximos (NND) entre as fibras exercem um efeito considerável sobre a tensão na microestrutura, com picos de tensão ocorrendo em regiões onde as fibras estão situadas muito próximas umas das outras. Pyrz concluiu com seus resultados que, devido a essa variabilidade presente na microestrutura dos materiais compósitos, abordagens baseadas na reprodução microestrutural são mais apropriadas para modelagem micromecânica, quando comparadas a algoritmos específicos capazes apenas de reproduzir distribuições de fibra conforme um padrão de completa aleatoriedade espacial (CSR) (PYRZ, 1994a; PYRZ, 1994b).

1.1 Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo caracterizar espacialmente a microestrutura de um CPRFC, partindo da aplicação de técnicas de processamento de imagens. Dado o caráter circular das fibras nas imagens obtidas, será utilizado o algoritmo da Transformada Circular de Hough (CHT) para detecção das fibras e geração das Máscaras Binárias da Microestrutura (MBM), com as quais se determinará a fração volumétrica local de fibra. A partir das coordenadas de centro de cada fibra serão determinadas as métricas de estatística espacial com uso de diversos descritores estatísticos. Serão obtidas as distribuições dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos, as funções intensidade de segunda ordem e distribuição radial para o compósito.

2 MATERIAIS COMPÓSITOS E FIBRA DE CARBONO

Compósitos reforçados com fibra são materiais que contêm fibras de alta resistência mecânica combinadas a uma matriz, sob o limite de uma interface. O material resultante dessa combinação possui propriedades intermediárias que não são alcançadas por seus componentes individualmente, ou seja, seu desempenho mecânico, por exemplo, é superior ao da matriz, porém inferior ao das fibras usadas como reforço. A matriz é responsável por manter o arranjo geométrico e a orientação das fibras, transmitindo para estas o carregamento atuante sobre o compósito. Também é função importante da matriz promover proteção às fibras de potenciais danos causados pelo ambiente devido a temperaturas elevadas e umidade, por exemplo (MALLICK, 2008).

Historicamente esses materiais têm sido desenvolvidos para aplicações de alto desempenho, em que são necessárias propriedades mecânicas e térmicas superiores aos materiais convencionais. Materiais utilizados em tais aplicações são também denominados materiais estruturais.

2.1 Fibra de carbono

As fibras são os principais constituintes em um material compósito reforçado com fibra. Exibem a maior fração volumétrica dentre as fases presentes, assim como partilham da maior parcela do carregamento ao qual o compósito é submetido. Características como fração volumétrica, comprimento e orientação das fibras influenciam diretamente propriedades do compósito como densidade, resistência à tração, compressão e fadiga, módulo de elasticidade, mecanismos de falha, condutividade térmica e elétrica e, finalmente, o custo. Constituídas por centenas ou até milhares de filamentos, cada um possuindo diâmetro entre 5 e 15 μm , as fibras são comercializadas nas seguintes formas:

- **Fibras curtas:** com comprimentos da ordem de fração de milímetro até poucos centímetros, utilizadas por exemplo em moldagem por injeção;
- **Fibras longas:** são cortadas apenas durante a fabricação do compósito, utilizadas na forma de cabo ou tecido.

Na Figura 1 são ilustradas as principais formas nas quais as fibras são comercializadas.

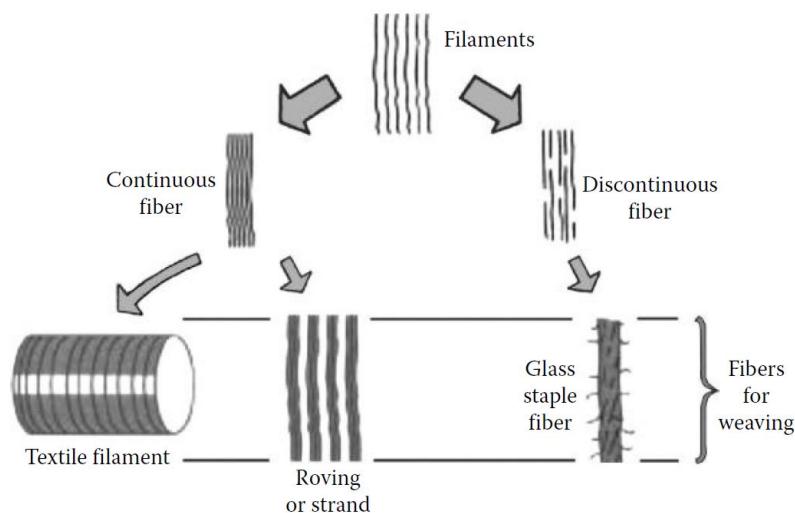


Figura 1 – Diferentes formas de comercialização de fibras (GAY, 2015).

As principais fibras utilizadas comercialmente são as baseadas em vidro, carbono e Kevlar 49. Outras fibras, como as de boro, carbeto de silício e alumina, são também utilizadas, porém em menor quantidade. Todas essas fibras podem ser incorporadas em uma matriz tanto na forma contínua como descontínua (MALLICK, 2008). Na Figura 2 são mostrados as curvas tensão-deformação para diferentes tipos de fibras utilizadas como reforços em materiais compósitos. Apesar das curvas apresentarem diferentes coeficientes de inclinação (módulo de elasticidade), em todos os casos é possível observar inexistência de regime de deformação plástica, com característica de fratura frágil.

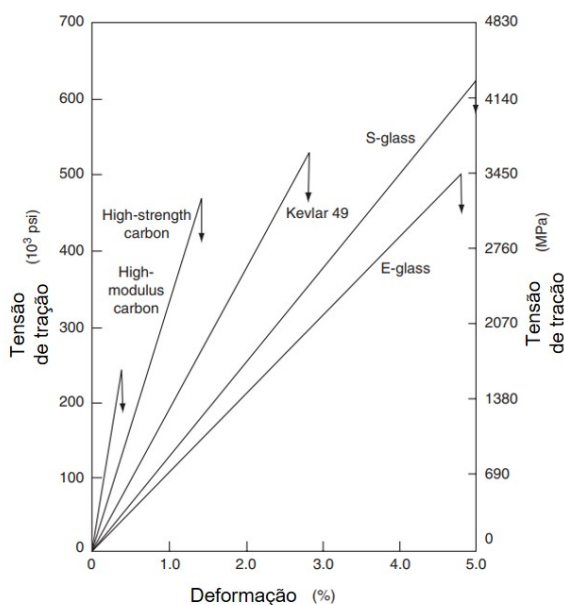


Figura 2 – Diagramas tensão-deformação para várias fibras utilizadas como reforço em materiais compósitos (MALLICK, 2008).

Estruturalmente as fibras de carbono contem uma mistura de carbono

amorfo e carbono grafítico. Seu alto módulo de elasticidade resulta da forma grafítica, em que os átomos de carbono estão dispostos em uma estrutura cristalográfica de planos (ou camadas) paralelos (as). Os átomos de carbono em cada plano situam-se nos vértices de hexágonos regulares interconectados (Figura 3). Os planos são também denominados de camadas de grafeno (MALLICK, 2008).

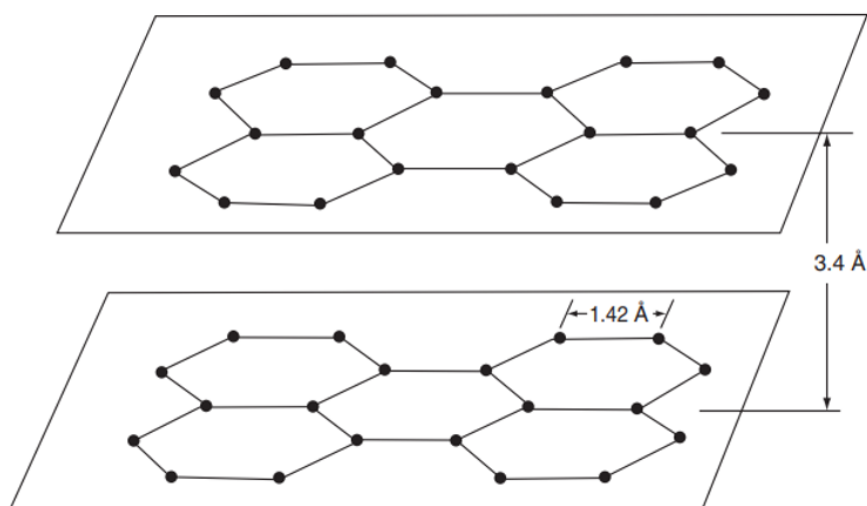


Figura 3 – Arranjo dos átomos de carbono em um cristal de grafite (MALLICK, 2008).

Comercialmente as fibras de carbono encontram-se disponíveis na forma de cabos longos e contínuos, fibras picadas (6-50 mm de comprimento) e fibras moídas (30-3.000 μm de comprimento). Fibras na forma de cabo longo e contínuo, que consiste basicamente no agrupamento de 1.000-160.000 filamentos paralelos, são utilizadas em aplicações de alto desempenho. Um cabo é designado pelo número de filamentos que o constitui, como por exemplo 24K, em que K representa um milhar (1.000). Portanto, 24K descreve um cabo de fibra de carbono que possui 24.000 filamentos. Cabos com até 24.000 filamentos são classificados como pequenos, em que os produtos mais comuns nessa classe além de 24K são: 1K, 3K, 6K e 12K.

Apesar de uma maior quantidade de filamentos ser desejável do ponto de vista de aumento da produtividade em operações de moldagem contínua, tais como *filament winding* (enrolamento filamental) e pultrusão, vai se tornando cada vez mais difícil molhá-los com a matriz, o que pode prejudicar as propriedades mecânicas do compósito fabricado (MALLICK, 2008).

As fibras de carbono também podem ser classificadas de acordo com seu módulo de elasticidade em três grupos: módulo padrão ou convencional, módulo intermediário e alto módulo.

2.2 Compósitos reforçados com fibra de carbono

O desenvolvimento das fibras de carbono no final da década de 1960 permitiu o avanço que colocaria os compósitos poliméricos como um material capaz de aplicações antes reservadas aos metais. O potencial das fibras de carbono não está associado apenas à baixa densidade e elevada resistência mecânica, mas sobretudo a seu alto módulo de elasticidade e reduzida deformação, que as colocam como candidatas em potencial para fabricação de estruturas onde esses requisitos são exigidos. Por isso, a fibra de carbono é o reforço predominante para fabricação de compósitos de alto desempenho para aplicações nas indústrias aeroespacial, automobilística, nuclear e de defesa (MALLICK, 2008; CANN; ADAMS; SCHNEIDER, 2008).

Esses materiais são denominados tanto por compósitos de fibra de carbono como por compósitos poliméricos reforçados com fibra de carbono. O último termo é uma subdivisão dentro dos compósitos de fibra de carbono e refere-se exclusivamente aos compósitos que possuem matriz polimérica, que pode ser tanto termorrígida quanto termoplástica. Os grandes atrativos desse material são sua razão entre resistência mecânica e peso, e sua rigidez. Aplicações que demandam um material resistente e rígido, e ao mesmo tempo leve, são as mais interessantes para os CPRFC, enquanto seu custo é em geral muito mais elevado que o de outros materiais de alta resistência como os metais.

Ao contrário dos fabricantes de FC, os fabricantes de CPRFC são numerosos à medida que as barreiras para ingressar podem ser bem menores graças à ampla disponibilidade de FC e de produtos intermediários como tecidos e preregs no mercado. Dependendo do processo de fabricação do CPRFC, os custos podem ser consideravelmente menores do que aqueles associados à fabricação de FC.

2.2.1 Visão global do mercado e da cadeia de suprimento

Em aplicações de alto desempenho, a fibra de carbono garante resistência e rigidez ao compósito, enquanto o material da matriz – uma resina sintética que pode ser epóxi, poliamida, vinil-éster, fenólica ou certos termoplásticos – mantém o alinhamento das fibras e distribui carregamento estrutural entre elas. Peças estruturais fabricadas em compósitos como esses podem ser projetadas para alcançar o dobro da resistência mecânica e mais que o dobro da resistência à fadiga dos aços; ainda, podem apresentar o dobro da rigidez do alumínio com metade do peso. Considerando os compósitos poliméricos de alto desempenho, as fibras de carbono competem principalmente com as fibras de vidro e de aramida, e em menor grau

com as fibras de boro.

Na rota de manufatura do precursor, o polipropileno derivado do craqueamento do petróleo bruto é reagido com amônia em um processo de amoxidação para se formar acrilonitrila. A maior parte dos fabricantes de FC iniciam sua integração na cadeia de suprimento no momento que compram acrilonitrila de fornecedores, em que ao menos uma (Mitsubishi Rayon Corporation) possui também capacidade de refinamento e craqueamento de petróleo bruto. Todas as fabricantes de FC no mercado possuem sua própria capacidade de polimerização e fiação do precursor. Por possuírem propriedade intelectual sobre os processos e os métodos de conversão da acrilonitrila em poli(acrilonitrila) (PAN) grau FC, as fabricantes japonesas dominam esse segmento industrial, com grande vantagem competitiva. Enquanto a FC é amplamente disponível no mercado para aquisição, o precursor já não o é. Não há disponível no mercado precursor grau FC para aquisição, à medida que esse precursor é retido nas indústrias fabricantes de FC para suas próprias atividades.

A propriedade intelectual pertencente à conversão do precursor em FC também é guardada, o que tem como consequência direta uma grande valorização no preço do produto ao término do processo de fabricação da FC. Barreiras para ingressar na fabricação de precursor grau FC e até na própria fabricação de FC se mostram bastante expressivas devido à propriedade intelectual necessária e aos elevados custos associados. Por essa razão estima-se que existam atualmente apenas cerca de 15 fabricantes de FC no mundo.

A capacidade de produção global de FC no ano de 2015, próxima a 144.000 toneladas, foi maior que a demanda de 82.400 toneladas. O crescimento na capacidade de produção se deve provavelmente à uma antecipação no crescimento da demanda. América do Norte e Ásia comportam uma capacidade de produção significativamente maior que suas demandas internas, sugerindo um provável posicionamento dessas regiões como mercados exportadores. De modo contrário, capacidade e demanda são mais bem equilibradas para a região europeia e demais regiões.

A Figura 4 apresenta a distribuição geográfica das plantas de produção de FC em 2012, com uma notável concentração de sítios na América do Norte, Europa Ocidental e Leste Asiático. Uma distribuição bastante similar a essa também foi observada em 2015.

Também para essas três regiões em destaque foram anunciadas novas plantas de produção. Não há nenhuma planta com capacidade de produção de FC em escala no hemisfério sul, sendo que em Geelong, na Austrália, recentemente foi

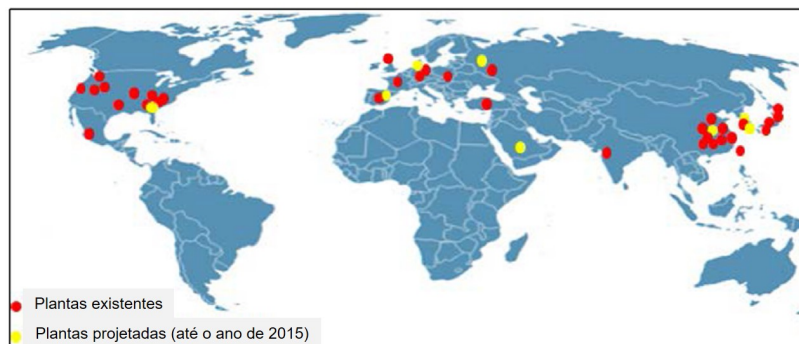


Figura 4 – Distribuição geográfica de plantas de produção de fibra de carbono.

instalada uma planta piloto com capacidade de 50 toneladas/ano, numa iniciativa do Institute for Frontier Materials da Deakin University, conhecida como Carbon Nexus.

Como comentado anteriormente, as barreiras para ingressar no mercado de produção de FC são relativamente grandes, em que apenas cerca de 15 companhias produzem FC em escala comercial. Dessas, a Toray destacou-se como a maior produtora de FC em 2014, com 36% da capacidade mundial de produção, com plantas localizadas no Japão, EUA, França e Coréia do Sul. Todas essas plantas possuem também capacidade de fabricar o precursor. Vale ainda destacar a recente aquisição da empresa Zoltek pela Toray, cujo planejamento agora é o de dobrar sua capacidade produtiva até 2020.

A companhia SGL é a segunda maior fabricante de FC do mundo, detendo 10% de participação no mercado, o que se deve principalmente ao setor automobilístico. Sua capacidade de produção anual deve atingir cerca de 9.000 toneladas. As plantas fabris encontram-se em sua maioria nos Estados Unidos, onde existem apenas quatro plantas para produção de precursor.

Uma menor capacidade de produção é observada atualmente pela indústria de FC da China. As empresas chinesas Zhongfu-Shenyang e Hengshen Fibre Materials são as mais recentes a ingressar na lista de fabricantes, com uma produção estimada de 4.000 e 3.000 toneladas, respectivamente. Os maiores desafios para a emergente indústria de FC chinesa, atualmente, são as limitações encontradas no conhecimento especializado, na qualidade do produto e no desenvolvimento fabril. Outros países relevantes com investimentos iniciais são a Coréia do Sul (empresa Hyosung), a Rússia (Holding Company Composite's Alabuga-Fibre LLC) e a Índia (empresa Kemrock Industries and Exports Ltd.), com uma capacidade anual juntas de menos de 3.000 toneladas.

A capacidade mundial de produção de FC é esperada aumentar de 109.230 toneladas em 2012, para aproximadamente 159.000 toneladas em 2020.

Nessas estimativas foi considerado um fator associado à eficiência produtiva das plantas, de aproximadamente 60 e 72% respectivamente em 2012 e 2020, principalmente devido aos longos períodos de manutenção e start-up. A demanda de FC foi estimada em 45.010 toneladas em 2012 e projetada a 141.720 toneladas em 2020.

2.2.2 Principais aplicações

Compósitos poliméricos reforçados com fibra de carbono viabilizam reduções significativas no peso de estruturas em aplicações na área de transportes, como na automobilística e aeroespacial, cuja redução energética está associada essencialmente à economia de combustível. Estima-se que uma redução de 10% na massa do veículo resulta em cerca de 6-8% de aumento na economia de combustível. Esses materiais também viabilizam a extensão no comprimento das pás em turbinas eólicas, levando a um aumento na energia dos ventos capturada por turbina, bem como ao desenvolvimento de fontes de média e baixa velocidade de vento, atualmente impraticáveis devido às limitações tecnológicas dos compósitos reforçados com fibra de vidro. Vasos de pressão fabricados em CPRFC possuem pressões de contenção maiores, menos peso e maior durabilidade que os vasos de pressão convencionais fabricados em metal. Diante de tais vantagens, vasos de pressão fabricados em CPRFC viabilizam que veículos baseados em combustíveis alternativos como gás natural e células a combustível aumentem a economia de combustível através tanto da diminuição de peso como permitindo maior autonomia de navegação, em termos de distância percorrida entre reabastecimentos.

Outras aplicações potenciais para esses materiais estão nas indústrias de petróleo e gás, e na construção civil. Na indústria de petróleo e gás, CPRFC viabilizam a exploração de uma maior gama de recursos como as reservas em águas profundas, onde a tecnologia convencional apresenta limitações a profundidades superiores a 4 quilômetros. Na construção civil, CPRFC permitem o reparo de estruturas muito antigas ou danificadas como pontes e edifícios visando a extensão da vida útil dessas construções.

2.3 Caracterização microestrutural de materiais compósitos

As propriedades dos compósitos estão diretamente relacionadas às propriedades dos materiais constituintes, tais como propriedades da fibra e da matriz, concentração ou frações volumétricas, interface e adesão fibra/matriz, disposição das camadas e orientação, bem como pela presença de defeitos microestruturais, a exemplo de vazios. Dessas, uma característica que afeta diretamente as propriedades mecânicas dos CPRFC é a fração volumétrica de fibra, uma vez que as fibras

de carbono atuam como reforço primário garantindo resistência e rigidez para os compósitos (MARINUCCI, 2011).

As frações volumétricas das fibras e da matriz no compósito podem ser obtidas de suas respectivas frações mássicas e da densidade do compósito, de modo que se faz necessário quantificá-los experimentalmente. As frações mássicas podem ser obtidas durante a fabricação da peça pela pesagem dos materiais utilizados, alternativa nem sempre possível em alguns dos processos de fabricação, e também por procedimentos de laboratório como digestão úmida e calcinação, como veremos detalhadamente mais adiante. As relações entre fração mássica e fração volumétrica podem ser obtidas a partir das equações:

$$\text{Fração volumétrica de fibra: } v_f = m_f \frac{d_c}{d_f} \quad (2.1)$$

$$\text{Fração volumétrica de matriz: } v_m = m_m \frac{d_c}{d_m} \quad (2.2)$$

$$\text{Fração volumétrica de vazios: } 1 - (v_f + v_m) \quad (2.3)$$

onde v é a fração volumétrica, m é a fração mássica e d é a densidade medida experimentalmente, sendo que os índices f , c , m e v , denotam respectivamente fibra, compósito, matriz e vazios.

O módulo de elasticidade ou módulo de Young, E_c , do compósito, pode ser estimado a partir da fração volumétrica medida e das propriedades da fibra e da matriz fornecidas pelos fabricantes. A fórmula micromecânica é dada por:

$$E_c = (v_f E_f) + (v_m E_m) \quad (2.4)$$

onde E é o módulo de elasticidade, sendo que os índices c , f e m , denotam respectivamente compósito, fibra e matriz.

A utilidade de determinar as frações volumétricas está na possibilidade de se obter as propriedades do compósito, como também avaliar o material para efeito de controle de qualidade.

Como visto, as equações para determinação das frações volumétricas de fibra e da matriz necessitam das frações mássicas dessas fases. Tradicionalmente são utilizados métodos estabelecidos pela ASTM 3171 - *Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials* para a determinação do teor de fibra em compósitos de fibra de carbono. Tais métodos exigem que a resina que

compõe a fase matriz seja completamente removida do compósito por técnicas como digestão úmida ou degradação térmica, restando apenas a fase fibra no resíduo do processo. Uma outra técnica amplamente disseminada na indústria é a de processamento e análise digital de imagens. Nessa metodologia não é necessário nenhum processo de separação das fases do compósito, apenas uma etapa de preparação metalográfica da amostra a ser analisada, reduzindo em grande parte o tempo necessário para obtenção de resultados.

2.3.1 Digestão ácida

A digestão úmida ou ácida, é uma técnica que permite determinar os teores de fibra e matriz de um compósito polimérico por meio da digestão da matriz por um meio líquido, que não ataque excessivamente as fibras. O método consiste em dissolver a porção de resina de uma amostra de compósito, devidamente pesada, em um meio de digestão quente. O resíduo é filtrado, lavado, seco e pesado, permitindo o cálculo da porcentagem em peso de fibra, que pode ser convertida em porcentagem volumétrica se as densidades do compósito e da fibra forem conhecidas.

2.3.2 Processamento e análise de imagens

A observação de microestruturas é de grande importância para a pesquisa e o desenvolvimento de novos materiais, auxiliando a estabelecer relações entre a estrutura tridimensional e as propriedades físicas desses materiais. Esta observação geralmente é baseada em análises de microscopia, sendo a microscopia óptica e a microscopia eletrônica de varredura, as técnicas que possuem maior utilização em ciência dos materiais.

Apesar do desenvolvimento crescente de novas técnicas de observação, análise e documentação da microestrutura de materiais, a microscopia óptica ainda hoje é uma das técnicas mais utilizadas. A descrição geométrica e medição da estrutura de um material observada em um microscópio se inserem no contexto da estereologia quantitativa. Essa metodologia abrange alguns recursos de probabilidade e estatística com a finalidade de se extrair informações, sobretudo quantitativas, da microestrutura de um material registrada em imagem digital. A interpretação dessa imagem pode ser realizada computacionalmente, sendo amplamente viabilizada pela técnica de processamento de imagens (GONZALEZ; WOODS, 2002).

O processamento de imagens pode ser definido como um conjunto de métodos para analisar dados advindos de imagens digitais, através de algoritmos especializados, que alteram morfologicamente estas imagens de forma a se obter características relevantes para um determinado objetivo analítico. Uma imagem

digital monocromática pode ser representada através de uma matriz $M \times N$, em que cada elemento desta matriz é chamado pixel (*picture element*) que contém informações de luminosidade e cor. Em imagens digitais monocromáticas, o nível de intensidade luminosa num ponto é chamado de tom de cinza ou ainda nível de cinza do pixel. O objeto do processamento de imagens pode ser uma imagem ou um grupo delas, que podem ser capturadas por meio de diferentes dispositivos, desde câmeras óticas até dispositivos que traduzem propriedades físicas ou químicas diversas em imagem digital (GONZALEZ; WOODS, 2002).

A técnica de análise quantitativa de imagens baseada em microscopia óptica viabiliza a quantificação das frações volumétricas locais de fibra e matriz, bem como análise do tamanho, morfologia e distribuição de vazios em regiões de interesse da seção transversal do compósito. É uma técnica amplamente disseminada na indústria devido à vantagem de prover informações visuais do material em análise. Além disso, destaca-se frente às demais técnicas pelo fato de fornecer dados estatísticos da microestrutura, o que é de grande relevância quando se deseja calcular ponto a ponto do material sua resposta a diferentes esforços mecânicos, gerando resultados com maior verossimilhança para o projeto de estruturas.

3 PADRÃO ESPACIAL DE PONTOS E DESCRITORES ESTATÍSTICOS

3.1 Processos Pontuais

Um **processo pontual** pode ser definido como um mecanismo aleatório que resulta na formação de padrões de pontos. Para aplicações estatísticas, pode-se frequentemente assumir que o número de pontos no processo é finito. Um **processo pontual finito X** , por definição, é um mecanismo aleatório em que: (1) Cada realização do processo gera um padrão com número finito de pontos; (2) Para cada região B , o número $n(X \cap B)$ de pontos caindo em B é uma variável aleatória bem definida. Essas condições são suficientes para suportar uma teoria estatística para a análise de padrões espaciais de pontos. Elas garantem que todas as estatísticas as quais busca-se determinar para um processo pontual sejam variáveis aleatórias bem definidas (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

3.1.1 Completa aleatoriedade espacial

Realizações de um processo pontual dito "completamente aleatório" são mostradas na Figura 5. Cada painel mostra uma realização de um *processo pontual de Poisson homogêneo*, também chamado de *processo de completa aleatoriedade espacial* (CSR). O processo é caracterizado por duas propriedades chave:

- **homogeneidade:** os pontos não possuem preferência por localização no espaço;
- **independência:** informação sobre o efeito em uma região do espaço não tem influência sobre o efeito em outras regiões.

Processos desse tipo são importantes por vários motivos. Trata-se de um modelo realístico de alguns fenômenos físicos, tais como radioatividade, eventos raros e eventos extremos. Servem como *benchmark* ou modelo de referência de padrões de completa aleatoriedade, contra os quais outros padrões podem ser comparados. Em diversos testes estatísticos, processos do tipo CSR servem de hipótese nula. Diversos outros modelos são construídos partindo-se de um CSR (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

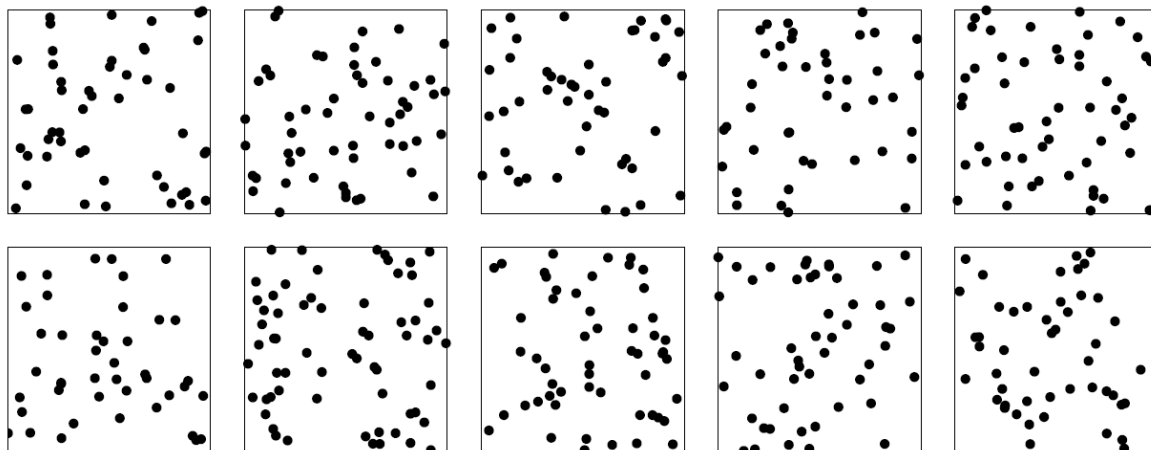


Figura 5 – Padrões de pontos completamente aleatórios: 10 realizações simuladas de um processo pontual de Poisson (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

3.2 Intensidade Espacial

3.2.1 Estimação da intensidade homogênea

A análise de um padrão de pontos frequentemente se inicia assumindo-se homogeneidade espacial. A fim de se avaliar ou validar essa suposição, é necessário definir exatamente o significado de intensidade homogênea. Na Figura 6 estão representados padrões sintéticos gerados aleatoriamente por um mecanismo que é espacialmente homogêneo. Apesar disso, um único padrão de pontos como qualquer um dos mostrados na Figura 6, pode não ser perfeitamente homogêneo, à medida que um ponto pode não ter sido espalhado uniformemente sobre o plano. A única maneira de se estabelecer um sentido rigoroso da hipótese de homogeneidade é pensando-se estatisticamente (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

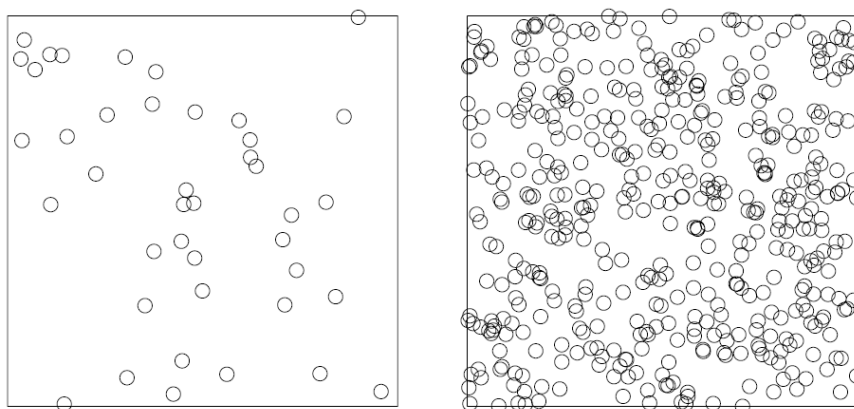


Figura 6 – Simulações de padrões de pontos com intensidade homogênea. Esquerda: 50 pontos por unidade de área. Direita: 500 pontos por unidade de área (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

Dessa forma, um processo pontual \mathbf{X} é definido possuir *intensidade homogênea* se, para qualquer sub-região B do espaço bi-dimensional, o número esperado de pontos de \mathbf{X} caindo em B é proporcional à área de B :

$$E[n(\mathbf{X} \cap B)] = \lambda|B| \quad (3.1)$$

onde λ é uma constante denominada *intensidade*.

A intensidade λ é o número esperado de pontos por unidade de área. O valor de λ depende da unidade de medida. Por exemplo, 300 pontos por quilômetro quadrado é equivalente a 0,0003 pontos por metro quadrado.

Em estatística básica, a média amostral de um conjunto de dados é uma estimativa (preferencialmente não viesada) da média populacional. De maneira similar para os processos pontuais tem-se que:

$$\bar{\lambda} = \frac{n(\mathbf{x})}{|W|} \quad (3.2)$$

é uma estimativa não viesada da verdadeira intensidade λ , assumindo que o processo pontual possui intensidade homogênea. Aqui \mathbf{x} é o conjunto de dados do padrão de pontos, observado em uma janela W , e $n(\mathbf{x})$ é o número de pontos de \mathbf{x} em W (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

3.3 Correlação Espacial

Esta seção trata da mensuração da dependência entre pontos em um padrão de pontos, usando o conceito de correlação estatística.

A motivação para a análise de um padrão de pontos é, em geral, para se determinar aonde os pontos parecem ter sido colocados de maneira independente uns dos outros, ou, por outro lado, aonde parece haver um mecanismo de dependência entre os pontos. A Figura 7 mostra três padrões de pontos característicos representando "regularidade"(onde os pontos tendem a se evitar uns aos outros), "independência"(completa aleatoriedade espacial) e "clusterização"(onde os pontos tendem a ficar próximos) (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

Uma ferramenta estatística padrão para se medir dependência é a *correlação*, ou de maneira mais geral, *covariância*.

Em teoria estatística, correlação é classificada como uma quantidade de *segundo momento*. O "primeiro momento"de uma variável aleatória X é seu valor médio; o "segundo momento"ou "quadrado médio"é a média de X^2 . Conjuntamente,

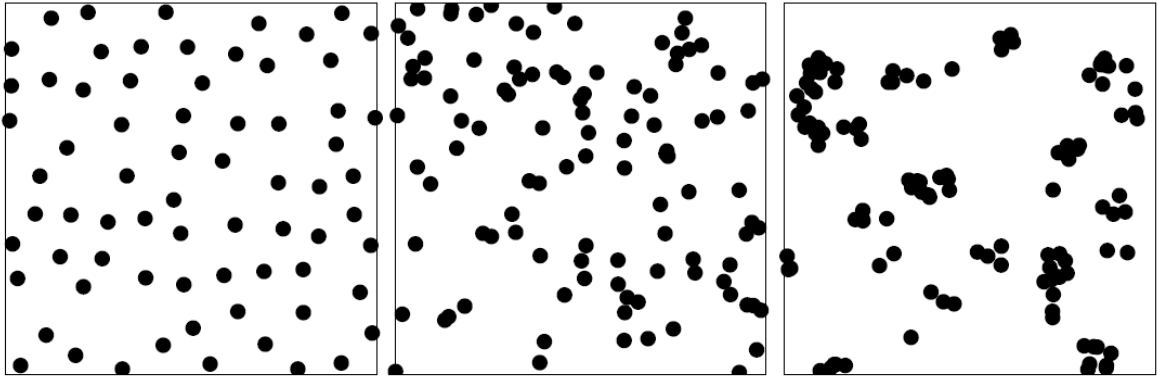


Figura 7 – Tricotomia clássica entre padrões de pontos regular (Esquerda), independente (Central) e clusterizado (Direita) (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

o primeiro e o segundo momentos de variáveis aleatórias determinam importantes quantidades tais como variância, desvio padrão, covariância e correlação.

Quantidades de segundo momento para processos pontuais estão diretamente relacionadas à soma das contribuições de cada par de pontos do processo. Em um processo pontual \mathbf{X} , a contagem quadrática de pontos $n(\mathbf{X} \cap B)^2$ pode ser interpretada como o número de pares de pontos x_i, x_j em \mathbf{X} que caem no conjunto B , incluindo pares idênticos, em que $i = j$. O segundo momento de $n(\mathbf{X} \cap B)$ é o número esperado de pares de pontos caindo em B .

Uma técnica bastante reportada para análise de correlação espacial em padrões de pontos é a função K proposta por Ripley (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

3.3.1 A função K

Seja $d_{ij} = \|x_i - x_j\|$ a distância entre cada ponto distinto x_i e x_j de um padrão de pontos \mathbf{x} em estudo. De uma maneira mais abrangente é possível avaliar o processo pontual plotando-se um histograma com todas as distâncias computadas. No entanto, isso pode ser difícil de se interpretar uma vez que o mesmo processo visto sob diferentes janelas de observação leva a diferentes histogramas.

Uma alternativa de mais fácil interpretação trata-se da função distribuição acumulada das distâncias entre pontos (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015):

$$\hat{H}(r) = \text{fração de valores } d_{ij} \text{ menores que } r = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^n \mathbf{1}\{d_{ij} \leq r\} \quad (3.3)$$

definida para cada valor de distância $r \geq 0$. Foi utilizada a notação de

"indicador": $\mathbf{1}\{\dots\}$, que assume valor 1 se a proposição "... "é verdadeira e 0 caso contrário. A soma é obtida para todos os pares ordenados i, j exceto para $i = j$. A soma desses indicadores é simplesmente o número de vezes que a proposição é verdadeira, ou seja, o número dos valores d_{ij} menores ou iguais a r . O denominador $n(n - 1)$ representa o número total de pares de pontos distintos, logo $\hat{H}(r)$ é a fração de pares para os quais a distância é menor ou igual a r (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

A contribuição de cada ponto x_i para o somatório em (3.3) é dada por:

$$t_i(r) = \sum_{j \neq i} \mathbf{1}\{d_{ij} \leq r\} \quad (3.4)$$

Podemos chamar esse valor do número de r -vizinhos para o ponto x_i . De maneira equivalente $t_i(r)$ é o número de pontos que caem no interior de um círculo de raio r centrado em x_i , não considerando x_i na contagem. Então:

$$\hat{H}(r) = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n t_i(r) = \frac{1}{n-1} \bar{t}(r) \quad (3.5)$$

onde $\bar{t}(r) = (1/n) \sum_i t_i(r)$ é o número médio de r -vizinhos por ponto.

Esse é um importante indicativo de que a quantidade que de fato queremos estimar é o número médio de r -vizinhos de um determinado ponto aleatório. O número médio de r -vizinhos de um ponto depende da densidade média de pontos do conjunto de dados. Em um padrão completamente aleatório, o valor esperado para $\bar{t}(r)$ é de aproximadamente $\lambda \pi r^2$, dado que $\bar{t}(r)$ conta o número de pontos caindo em um círculo de raio r com área πr^2 . Para que a comparação entre conjuntos de dados com diferentes números de pontos seja possível, convém padronizar $\bar{t}(r)$, dividindo-se por λ . Uma vez que o número máximo de vizinhos de um ponto qualquer do conjunto de dados é $n - 1$, mais apropriado seria dividir por $\tilde{\lambda} = (n - 1)/|W|$, onde n é o número de pontos e $|W|$ é a área da janela de observação. O resultado dessa padronização é $\bar{t}(r)/((n - 1)/(|W|)) = |W|\hat{H}(r)$ (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

A função $|W|\hat{H}(r)$ é o número médio padronizado de r -vizinhos de dados pontuais típicos. Para também ser possível a comparação entre conjuntos de dados observados em diferentes janelas, faz-se necessário considerar "efeitos de borda", o

que nos leva à **função K empírica**:

$$\hat{K}(r) = \frac{|W|}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^n \mathbf{1}\{d_{ij} \leq r\} e_{ij}(r) \quad (3.6)$$

onde $e_{ij}(r)$ é um fator de correção de borda.

Em resumo, a função K empírica $\hat{K}(r)$ é o número médio acumulado de pontos que se encontram dentro de uma distância r de um determinado ponto, corrigido de efeitos de borda e padronizado pela intensidade. A padronização e a correção de borda torna possível a comparação entre padrões de pontos com diferentes números de pontos, observados em diferentes janelas.

3.3.2 Função *pair correlation g*

Alternativamente ou de maneira complementar tem-se a função K é a **função correlação de pares** $g(r)$ que contém contribuições apenas das distâncias interpontos *iguais a r*. Em duas dimensões, pode ser definida por:

$$g(r) = \frac{K'(r)}{2\pi r} \quad (3.7)$$

onde $K'(r)$ é a derivada da função K com respeito a r . A função correlação de pares apresenta uma longa história na astronomia, principalmente na descrição de padrões tridimensionais. Também despontou de maneira independente em análise de dados geográficos e em outros campos.

Em termos geométricos, $K(r)$ é definida desenhando-se um círculo de raio r centrado em um ponto do processo pontual, e contando-se o número de outros pontos localizados dentro desse círculo (Figura 8). Para definir a função $g(r)$ desenha-se dois círculos concêntricos de raios r e $r+h$, onde h é um pequeno incremento de distância, e conta-se apenas aqueles pontos localizados no anel formado entre os dois círculos (Figura 8). Assim se faz possível capturar as distâncias interpontos d_{ij} que se encontram na estreita distância entre r e $r+h$. A contagem esperada dessas distâncias é $\lambda K(r+h) - \lambda K(r)$. Ao padronizar essa contagem esperada, dividindo-se pelo valor esperado para um processo do tipo CSR, que é $\lambda\pi(r+h)^2 - \lambda\pi r^2$, chegamos que (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015):

$$g(r) = \frac{\lambda K(r+h) - \lambda K(r)}{\lambda\pi(r+h)^2 - \lambda\pi r^2} = \frac{K(r+h) - K(r)}{2\pi r h + \pi h^2} \quad (3.8)$$

Quando h é muito pequeno, πh^2 torna-se desprezível e $(K(r+h) - K(r))/h$ torna-se a derivada K , e então $g(r)$ torna-se a função correlação de pares.

A função $g(r)$ é a probabilidade de se observar um par de pontos do processo distantes de r unidades de distância, dividida pela correspondente probabilidade para um processo de Poisson.

O valor de $g(r) = 1$ é consistente com processo de completa aleatoriedade espacial, devido exclusivamente à maneira que a função foi padronizada. Um valor $g(r) < 1$ indica que as distâncias interpontos iguais a r são menos frequentes que o esperado para um processo CSR, o que sugere regularidade. Já um valor $g(r) > 1$ indica que essa importante distância interpontos é mais frequente que o esperado para um padrão CSR, sugerindo clusterização (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015). Note que o valor de $g(r)$ não se trata da correlação no sentido usado pelos estatísticos. A correlação entre duas variáveis aleatórias é um número padronizado que se encontra no intervalo entre -1 e +1, sendo o valor 0 indicativo de ausência de correlação. Ao invés disso, a função $g(r)$ abarca o sentido de correlação utilizado em física: os valores possíveis no intervalo de 0 a infinito, e o valor 1 sendo associado à ausência de correlação.

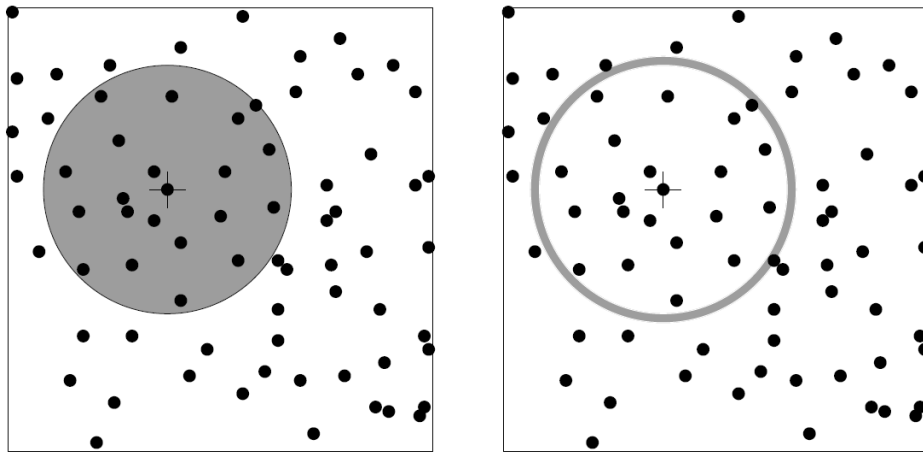


Figura 8 – Geometria da função K (Esquerda) e da função correlação de pares (Direita) (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

3.4 Espaçamentos entre pontos em processos pontuais

Estatísticas tais como a função K de Ripley, que mede a correlação espacial em um processo pontual, são as ferramentas mais populares para se avaliar dependências entre pontos. Entretanto, correlação é apenas uma informação sumária sobre dependência entre pontos.

Informações adicionais sobre um padrão de pontos muitas vezes podem ser reveladas medindo-se espaçamentos ou distâncias mais curtas no padrão. Existe uma dualidade entre medir distâncias mais curtas entre pontos e contar pontos em uma dada área. Medir distâncias mais curtas provê informações complementares à estrutura de correlação. Uma análise estatística de padrões espaciais de pontos se torna mais robusta à medida que considera tanto a estrutura de correlação quanto às interações a distâncias mais curtas.

A seguir serão apresentadas ferramentas analíticas baseadas em distâncias mais curtas.

3.4.1 Função G e função F

Informações importantes a respeito do arranjo espacial dos pontos são obtidas a partir das distâncias aos vizinhos mais próximos. Boa parte dessas informações são perdidas se nós simplesmente tomarmos a média das distâncias aos vizinhos mais próximos. Um melhor resumo dessa informação é a função distribuição acumulada das distâncias aos vizinhos mais próximos, $G(r)$, chamada função distribuição da distância ao vizinho mais próximo.

Da mesma maneira, ao invés de se tomar a média das distâncias do tipo *empty-space*, uma medida resumo mais adequada é sua função distribuição acumulada $F(r)$, chamada função *empty-space*.

As funções G e F são propriedades importantes do processo pontual, análogas à função K em alguns aspectos, mas baseadas em uma construção bastante diferente.

3.4.1.1 Definição da função *empty-space* F para um processo pontual estacionário

Se \mathbf{X} é um processo pontual espacial, então a distância:

$$d(u, \mathbf{X}) = \min\{\|u - x_i\| : x_i \in \mathbf{X}\} \quad (3.9)$$

de um ponto fixo $u \in \mathbb{R}^2$ ao ponto mais próximo do processo é chamada distância *empty-space* (Figura 9).

Para um processo pontual estacionário, a função distribuição acumulada da distância *empty-space* é a função *empty-space*:

$$F(r) = \mathbb{P}\{d(u, \mathbf{X}) \leq r\} \quad (3.10)$$

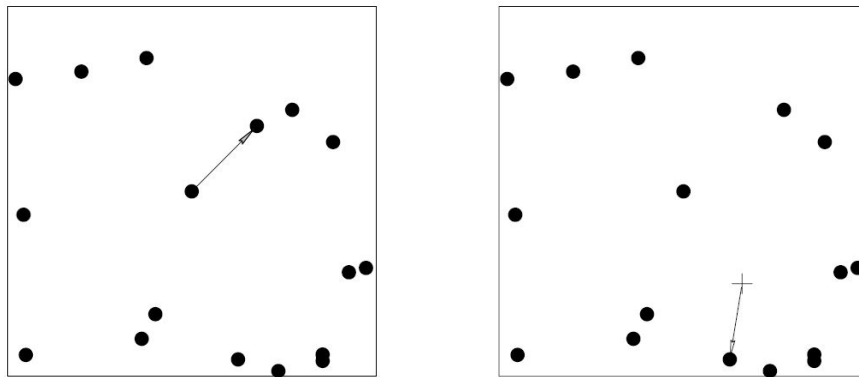


Figura 9 – Esquerda: distância ao vizinho mais próximo. Direita: distância do tipo *empty-space*, de um referencial fixo (+) ao ponto mais próximo.

definida para todas as distâncias $r \geq 0$, onde u é um referencial arbitrário. Uma vez que o processo é estacionário, essa definição não depende de u .

Os valores de $F(r)$ são probabilidades (entre 0 e 1) dada, para quaisquer u , a chance de que haverá um ponto de \mathbf{X} caindo dentro da distância r dessa localização. O valor de $F(r)$ aumenta em função de r , partindo de $F(0) = 0$. Para um processo estacionário, F é sempre diferenciável, logo possui uma função densidade de probabilidade.

3.4.1.2 Definição da função distribuição de distância ao vizinho mais próximo G para um processo pontual estacionário

Se x_i é um dos pontos em um padrão de pontos \mathbf{x} , a distância ao vizinho mais próximo $d_i = \min_{j \neq i} \|x_j - x_i\|$ pode também ser escrita como:

$$d_i = d(x_i, \mathbf{x} \setminus x_i) \quad (3.11)$$

a distância mais curta de x_i ao padrão $\mathbf{x} \setminus x_i$ consiste de todos os pontos de \mathbf{x} exceto x_i .

Para um processo pontual estacionário \mathbf{X} , a função distribuição de distância ao vizinho mais próximo $G(r)$ é definida como:

$$G(r) = \mathbb{P}\{d(u, \mathbf{X} \setminus u) \leq r \mid \mathbf{X} \text{ possui um ponto em } u\} \quad (3.12)$$

para quaisquer $r \geq 0$ e quaisquer posição u . Ou seja, $G(r)$ é a função distribuição acumulada da distância ao vizinho mais próximo $d(u, \mathbf{X} \setminus u)$ em um ponto de \mathbf{X} . Uma vez que o processo é estacionário, essa definição não depende da posição u .

Os valores de $G(r)$ são probabilidades e são não decrescentes em função da distância r , partindo de $G(0) = 0$.

De maneira geral, a função G pode ser não diferenciável, logo G pode não ter uma densidade de probabilidade. Por exemplo, uma grade regular de pontos aleatoriamente transladada configura um processo pontual estacionário; a distância de cada ponto ao seu vizinho mais próximo é um valor fixo, logo $G(r)$ é uma função tipo *step*, e portanto não possui derivada.

4 METODOLOGIA

4.1 Fabricação do compósito

Para fabricação das amostras do compósito laminado de fibra de carbono e matriz polimérica de resina epoxídica foi utilizada a técnica de *filament winding*.

Essa técnica é o processo de manufatura de materiais compósitos onde as fibras são impregnadas na resina e depositadas sob tração sobre um mandril que possui a geometria da peça desejada, em trajetórias previamente calculadas (Figura 10). Os principais parâmetros do processo são a velocidade e o ângulo de enrolamento com os quais as fibras são depositadas no mandril.

Foi utilizado mandril bi-plano de faces paralelas para confecção das amostras do compósito, obtendo-se placas retangulares das quais foram extraídas pequenas amostras por seccionamento transversal.

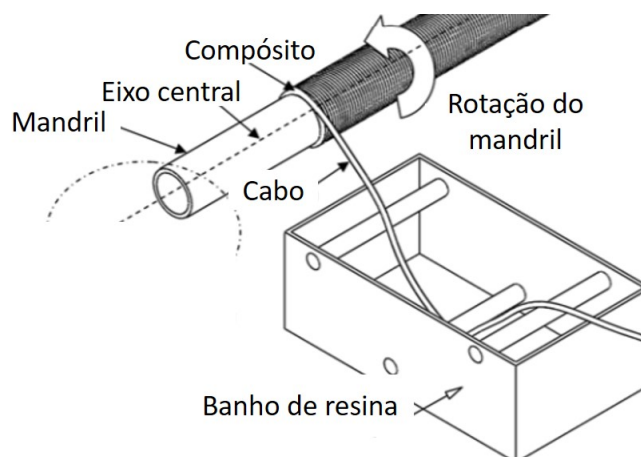


Figura 10 – Ilustração do processo de *filament winding*.

A fibra de carbono utilizada para fabricação do compósito foi da fabricante Tenax[®] do tipo T300, de alto módulo, com seis mil monofilamentos (6K).

O sistema da matriz polimérica de resina epoxídica foi baseado na mistura resina epoxídica líquida do tipo éter diglicidílico de bisfenol A Araldite[®] GY 260, endurecedor à base de anidrido metiltetrahidroftálico Aradur[®] HY 2918 e acelerador de amina terciária benzildimetilamina DY 062, todos de fabricação da empresa Huntsman Advanced Materials. A proporção utilizada para a mistura desses componentes foi de 100, 85 e 0,5 partes em massa, respectivamente.

O banho de resina foi mantido aquecido (temperatura de até 70°C) durante

o processo de enrolamento filamentar para diminuir a viscosidade do sistema da matriz e melhorar o molhamento das fibras durante a deposição no mandril. A cura foi feita em estufa à pressão atmosférica e temperatura de até 150°C com resfriamento lento ao ar na própria estufa. Após o resfriamento, as placas foram desmoldadas e cortadas utilizando-se disco de corte diamantado, cuja direção de corte foi de 90° em relação ao eixo longitudinal de orientação das fibras.

4.2 Processamento e análise de imagens

4.2.1 Preparação metalográfica

O seccionamento transversal das placas de compósito em disco diamantado foi a etapa inicial da preparação metalográfica das amostras. Após o corte, as amostras foram limpas em aparelho de limpeza ultrassônica. Este aparelho promove a microrremoção de impurezas presentes no corpo de prova.

Após a limpeza foi realizado embutimento das amostras em resina acrílica translúcida. O primeiro objetivo do embutimento de amostras metalográficas é facilitar o manuseio durante as etapas subsequentes de preparação e observação metalográfica. Um segundo objetivo é proteger e preservar as bordas e a superfície durante a preparação. A curvatura das bordas prejudica a focalização nas proximidades da periferia e impede a observação ao microscópio destas regiões.

Uma última etapa de polimento foi realizada para deixar a superfície do embutimento nivelada e homogênea. Amostra obtida após todas as etapas de preparação metalográfica é mostrada na Figura 11.

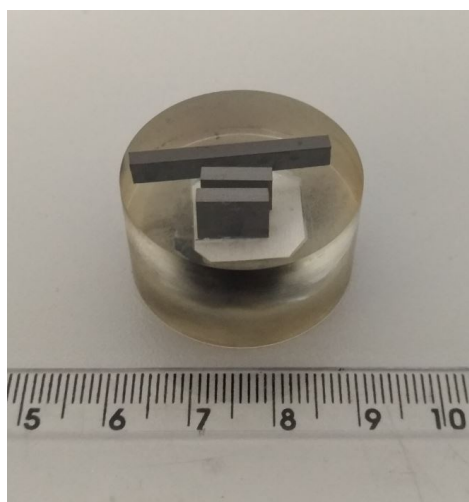


Figura 11 – Embutimento das amostras do compósito em resina acrílica translúcida.

4.2.2 Aquisição de imagens micrográficas

Imagens digitais da seção transversal do compósito laminado unidirecional de fibra de carbono e matriz polimérica de resina epoxídica foram adquiridas em um microscópio óptico ZEISS Axio Imager.M2m (Figura 12), pela técnica de campo claro, com aumento de 320x. A fim de caracterizar a microestrutura do material compósito, foram obtidas 200 imagens, com resolução de 150 dpi e dimensões de 1388 x 1040 pixels, correspondendo a 280 x 210 μm , e cerca de 1000 fibras por imagem. Também foi gerado um mosaico de toda seção transversal do compósito através da ferramenta MosaiX presente no software AxioVision que integra os recursos do microscópio.



Figura 12 – Ilustração do microscópio óptico utilizado para aquisição das imagens micrográficas.

4.2.3 Processamento das imagens micrográficas

As imagens adquiridas por microscopia óptica foram processadas computacionalmente para extração das principais características microestruturais do compósito: raio e coordenadas de centro das fibras e determinação da fração volumétrica local de fibra.

Para tanto foram aplicadas duas técnicas: limiarização por equilíbrio de histograma, através do método de Otsu, e transformada circular de Hough, ambas detalhadas nas seções a seguir.

4.2.3.1 Método de Otsu

A segmentação por binarização é uma técnica que consiste em estabelecer um valor limiar (*threshold*) e transformar os pixels maiores do que esse limiar para 1 e o restante dos pixels para 0. Matematicamente essa sentença é equivalente a:

$$f(x, y) = \begin{cases} 1, & f(x, y) > t \\ 0, & f(x, y) \leq t \end{cases} \quad (4.1)$$

onde $f(x, y)$ é a função que representa a imagem e t é o *threshold*.

Esse processo descrito acima depende sensivelmente do valor limiar escolhido para a binarização. Para que essa escolha não seja arbitrária mas sim quantitativa e baseada em características intrínsecas da imagem foi desenvolvido o método de Otsu. De maneira geral, o método de Otsu realiza uma busca exaustiva de um valor t que divida a imagem em dois grupos de pixels, *foreground* e *background*, de modo a minimizar a variância em cada grupo individualmente, e, ao mesmo tempo, maximizar a variância entre os grupos.

Seja um desses grupos composto por pixels com valores entre $[0, 1, \dots, t]$ e o outro grupo por pixels com valores entre $[t + 1, t + 2, \dots, I]$, onde I é a maior intensidade de pixel observada na imagem em estudo. Para cada um desses grupos são calculadas, respectivamente, as seguintes porcentagens de pixels:

$$a_1 = \sum_{i=0}^t P(i) \quad (4.2)$$

$$a_2 = \sum_{i=t+1}^I P(i) \quad (4.3)$$

onde $P(i)$ é a quantidade de pixels i dividida pela quantidade total de pixels. Em seguida calcula-se a média de cada um dos dois grupos e a média total da imagem, dadas respectivamente por:

$$\mu_1 = \sum_{i=0}^t \frac{iP(i)}{a_1} \quad (4.4)$$

$$\mu_2 = \sum_{i=t+1}^I \frac{iP(i)}{a_2} \quad (4.5)$$

$$\mu_{total} = a_1\mu_1 + a_2\mu_2 \quad (4.6)$$

É possível então calcular a variância entre os grupos como sendo:

$$\sigma^2 = a_1(\mu_1 - \mu_{total})^2 + a_2(\mu_2 - \mu_{total})^2 \quad (4.7)$$

O método de Otsu realizará uma busca exaustiva para todos os possíveis valores de t no intervalo $[1, I - 1]$ e retornará o *threshold* que maximiza a Equação 4.7. Uma possível implementação computacional do método de Otsu é apresentada no Algoritmo 1.

Algorithm 1: Método de Otsu

Result: *threshold* da intensidade dos pixels

Calcula o histograma e as probabilidade para cada nível de intensidade;

Inicializa as variáveis $a_i(0)$ e $\mu_i(0)$;

for i **do**

 Atualiza a_i e μ_i ;

 Calcula $\sigma^2(i)$;

end

Retorna o *threshold* correspondente ao máximo valor de $\sigma^2(i)$

Em MATLAB[®] a função **graythresh(im)** implementa o método de Otsu e retorna, para uma dada imagem digital *im*, a intensidade limiar (*threshold*) normalizada no intervalo $[0,1]$.

4.2.3.2 Transformada circular de Hough

Com objetivo de detectar as fibras de carbono nas micrografias foi aplicado o algoritmo da Transformada Circular de Hough (CHT).

A partir da utilização da transformada de Hough para retas, (DUDA; HART, 1972) adaptou-a para circunferências. No espaço bidimensional, a equação que define uma circunferência é dada por:

$$(x - a)^2 + (y - b)^2 = r^2 \quad (4.8)$$

onde a e b são as coordenadas de centro e r o seu raio de curvatura. O conjunto de todos os círculos possíveis é definido por todos os valores possíveis de a , b e r .

A aplicação da transformada de Hough consiste em transformar a imagem do espaço cartesiano para um espaço de parâmetros. Em outras palavras, isso significa dizer que cada pixel do plano da imagem será convertido em uma circunferência no plano de parâmetros.

Seja a representação paramétrica de um círculo dada por:

$$\begin{cases} x = a + r\cos(\theta) \\ y = b + r\sin(\theta) \end{cases} \quad (4.9)$$

Se o eixo (x, y) é fixo, então os parâmetros podem ser calculados segundo a equação acima.

Aplicando-se um algoritmo de detecção de borda em uma imagem digital é possível evidenciar as bordas de possíveis artefatos circulares. Para cada ponto da borda é desenhado um círculo com esse mesmo ponto sendo a origem e um certo raio r , tal que $r_{min} \leq r \leq r_{max}$. Na prática, uma matriz acumuladora é introduzida para encontrar os possíveis centros de cada círculo. Os valores dessa matriz se iniciam em 0, e são incrementados de uma unidade toda vez que um círculo de raio r é desenhado sobre um ponto da borda. A matriz acumuladora, que conta quantos círculos passam pelas coordenadas de cada ponto da borda, encontra ao final das iterações as coordenadas de centro do círculo encontrado e estima o raio do artefato detectado dentro do intervalo $[r_{min}, r_{max}]$.

Na prática, dado um conjunto de pixels em que se queira detectar uma circunferência, calcula-se para cada pixel da imagem as operações $r\cos(\theta)$ e $r\sin(\theta)$, para um dado raio r fixado, enquanto θ é incrementado de um valor $\Delta\theta$. Para minimizar o tempo de processamento do algoritmo, (KIMME; BALLARD; SKLANSKY, 1975) sugeriu gradientes de direção para selecionar a fração de circunferência a ser traçada no arranjo acumulador. Com isso, ao invés de traçar uma circunferência total, traça-se os arcos com tamanhos pequenos, o que diminui o tempo de processamento e produz menos votos acumulados no arranjo acumulador. Após este procedimento, aplica-se um *threshold* no arranjo acumulador, obtendo assim os possíveis centros da circunferência, com os quais encontram-se as circunferências da imagem.

O pseudo-algoritmo da transformada circular de Hough está descrito no

Algoritmo 2.

Algorithm 2: Transformada circular de Hough

Result: Coordenadas de centro e raio do artefato circular detectado.

1. Converte a imagem para escala de cinza e aplica o operador de Canny para detecção das bordas dos artefatos circulares ;
 2. Zera a matriz acumuladora $M(a, b)$;
 3. Computa a magnitude do gradiente $G(x, y)$;
 4. **for** *pixel* (para cada *pixel* de borda em $G(x, y)$) **do**
 - Incrementar todos os pixels acumulados na matriz M ao longo da linha seguindo: $a = x + r\cos(\theta)$ e $b = y + r\sin(\theta)$;
 - end**
 5. Identifica o ponto máximo na matriz M , que corresponde ao centro do artefato circular detectado.
-

Em MATLAB[®] a função **imfindcircles(im)** implementa a transformada circular de Hough para detecção de círculos e retorna, para uma dada imagem digital *im*, vetores contendo as coordenadas de centro e raio de cada artefato circular detectado.

4.3 Descritores microestruturais

A partir das variáveis (coordenadas de centro e raio das fibras) obtidas com o algoritmo CHT, cada microestrutura foi estudada como sendo um padrão espacial de pontos. No presente trabalho, cada fibra foi considerada como sendo a ocorrência de um evento estatístico e, cada micrografia, um padrão espacial distinto, com suas métricas particulares. Diversos descritores estatísticos têm sido reportados na literatura tendo em vista a caracterização do padrão espacial de pontos, e estes podem ser aplicados ao arranjo microestrutural presente nos materiais compósitos.

4.3.1 Fração volumétrica local de fibra

A fração volumétrica local de fibra foi calculada de maneira similar ao proposto em, em que, para efeito de cálculo, foram consideradas apenas as fibras cujo centro estivesse inserido nos limites da imagem. Foram utilizadas duas abordagens, aqui denominadas de contagem de pixels unitários (CPU) e razão entre áreas (RA). Ambas as técnicas foram aplicadas em cima das MBM geradas. Para a técnica CPU, considere A uma matriz de pixels representando uma MBM, com L pixels de largura e H pixels de altura, em que 0 está associado à fase matriz e 1 à fase fibra. Essa

matriz de pixels é, portanto, formada por $L \times H$ elementos, assim representada:

$$A = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} & \dots & a_{1L} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} & \dots & a_{2L} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ a_{H1} & a_{H2} & a_{H3} & \dots & a_{HL} \end{bmatrix} \quad (4.10)$$

Seja a função f assim definida:

$$f(i, j) = a_{ij} \quad (4.11)$$

onde $a_{ij} \in A, 1 \leq i \leq H$ e $1 \leq j \leq L$, com $i, j \in \mathbb{N}$.

A fração volumétrica local da fase fibra pode ser estimada de maneira direta dividindo-se a função f avaliada ponto a ponto em todo intervalo (i, j) pela área S da MBM, isto é, acumulando a soma dos pixels unitários e dividindo-se essa soma pela área S , em que $S = L \times H$:

$$FV_{MBM}^{(CPU)} = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^H \sum_{j=1}^L f(i, j) \quad (4.12)$$

Já o cálculo da fração volumétrica pela técnica RA baseia-se na razão entre a área ocupada pelas fibras detectadas e a área da imagem ou da MBM. Em outras palavras, considere $r = \{r_1, r_2, r_3, \dots, r_n\}$ o conjunto dos raios das n fibras detectadas pelo algoritmo CHT em uma imagem. A área A_f associada a essas fibras será dada por:

$$A_f = \pi \sum_{i=1}^n r_i^2 \quad (4.13)$$

É possível também estimar a fração volumétrica local de fibra pela razão:

$$FV_{MBM}^{(RA)} = \frac{A_f}{S} = \frac{\pi}{S} \sum_{i=1}^n r_i^2 \quad (4.14)$$

Note que, mesmo que uma fibra não seja detectada pois seu centro extrapolou os limites da imagem, o método RA continua válido pois essa fibra deverá ser detectada na imagem adjacente e assim devidamente considerada para efeitos de cálculo. Para fins de comparação e validação da metodologia proposta, os resultados obtidos a partir do processamento de imagens foram comparados com os obtidos pela técnica de digestão ácida, que consiste em dissolver a porção de

resina de uma amostra de compósito em uma solução ácida concentrada. O resíduo é filtrado, lavado, seco e pesado, permitindo o cálculo da porcentagem em peso de fibra, que pode ser convertida em porcentagem volumétrica se as densidades do compósito e da fibra forem conhecidas.

4.3.2 Distância e orientação aos vizinhos mais próximos

Existem diversos tipos de distâncias que podem ser medidas em um padrão espacial de pontos:

- Distância do tipo *pairwise* $d_{ij} = \|x_i - x_j\|$ entre todos os pares de pontos distintos x_i e x_j ($i \neq j$) presentes no padrão;
- Distâncias aos vizinhos mais próximos $d_i = \min_{j \neq i} d_{ij}$, a distância de cada ponto x_i ao seu vizinho mais próximo (Figura 13);
- Distância do tipo *empty-space* $d(u) = \min_j \|u - x_j\|$, a distância de um referencial fixo u na janela, ao ponto do processo mais próximo (Figura 13).

A Figura 13 ilustra a representação dessas distâncias em um padrão de pontos qualquer.

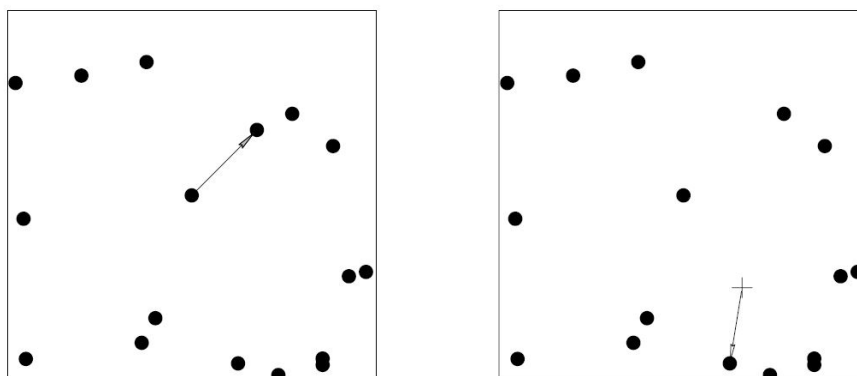


Figura 13 – Esquerda: distância ao vizinho mais próximo. Direita: distância do tipo *empty-space*, de um referencial fixo (+) ao ponto mais próximo (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

As funções de distribuição aos vizinhos mais próximos detalham as interações de curto alcance entre as fibras, avaliando-se para isso a distância entre cada fibra e seu n -ésimo vizinho mais próximo, em geral primeiros e segundos vizinhos. Esse espaçamento mínimo entre fibras foi estudado em (HOJO et al., 2009), em que se observou exercer um efeito significativo nas tensões desenvolvidas na interface

fibra/matriz sob certas condições de carregamento, afetando as propriedades de falha do compósito.

Uma abordagem para se analisar evidências de orientação preferencial na microestrutura - anisotropia - trata-se da distribuição de orientação ao vizinho mais próximo, que mede vizinho a vizinho o ângulo de orientação formado pelo vetor espacial que os une.

4.3.3 Funções K de Ripley e L de Besag

A função intensidade de segunda ordem, também denominada função K de Ripley, é amplamente utilizada para se distinguir dentre os diferentes tipos de padrões de pontos. A função $K(r)$ é definida como o número de pontos esperados de se encontrar dentro de uma distância radial r de um ponto arbitrário, dividido pelo número de pontos por unidade de área. Os limites do domínio exercem um efeito significativo no cálculo dessa função, sendo que Ripley estabeleceu um estimador para essa função já contabilizando a correção de borda (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015):

$$K(r) = \frac{A}{N^2} \sum_{k=1}^N w_k^{-1} I_k(r) \quad (4.15)$$

onde N é o número total de pontos na área A , $I_k(r)$ é o número de pontos localizados dentro da distância radial r do centro de uma determinada fibra, e w_k é a razão da circunferência dentro dos limites da área A com relação a toda circunferência. Em síntese, a função $K(r)$ representa o número médio de pontos distantes r unidades de um ponto qualquer do processo, corrigido de efeitos de borda (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

Os resultados obtidos foram comparados à função $K(r)$ avaliada para um padrão CSR, calculada analiticamente pela equação:

$$K_{CSR}(r) = \pi r^2 \quad (4.16)$$

Uma transformação bastante utilizada da função K proposta por Besag [103] é a função L :

$$L(r) = \sqrt{\frac{K(r)}{\pi}} \quad (4.17)$$

que transforma a função K teórica de um processo de Poisson $K_{poiss} = \pi r^2$ para uma linha reta $L_{poiss}(r) = r$, simplificando a análise gráfica. A transformação provocada

pela raiz quadrada também estabiliza a variância do estimador (ou seja, a variância da função empírica $\hat{L}(r)$ é aproximadamente constante em função de r) facilitando a avaliação de eventuais desvios.

O cálculo das funções K e L para um processo pontual (microestrutura) X foi realizado através das funções **Kest(X)** e **Lest(X)**, respectivamente, implementadas pelo pacote *spatstat* (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015), disponível no ambiente de software R. As funções foram estimadas para cada microestrutura real e simulada, com uso do argumento "border" como opção de correção dos efeitos de borda.

4.3.4 Funções G e F

Estimadores das funções $F(r)$ e $G(r)$ de um padrão de pontos estão descritos na Seção 8.11. Esses estimadores assumem que o processo pontual em estudo é estacionário. São versões com correção dos efeitos de borda das funções empíricas de distribuição acumulada das distâncias aos vizinhos mais próximos para todos os pontos (para G) e das distâncias do tipo *empty-space* para uma grade de locais de teste (para F).

Na maioria das aplicações, as localizações espaciais dos pontos são consideradas apenas no interior da região em estudo, também denominada janela W . O confinamento de observações a uma janela W cria o problema (ilustrado na Figura 14) que distâncias aos vizinhos mais próximos observadas são maiores, em geral, do que as verdadeiras distâncias aos vizinhos mais próximos.

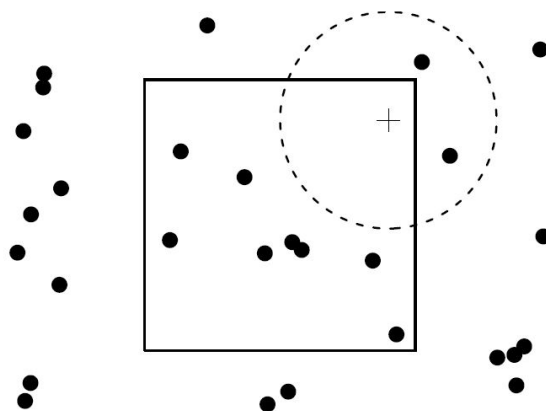


Figura 14 – Problema do efeito de borda para ao se estimar a função F (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

Para uma localização u próxima ao limite da janela W , podem existir

pontos a uma distância r de u , porém localizados fora dos limites W , não sendo assim computados. Dessa forma, a distância do tipo *empty-space* observada $d(u, \mathbf{x} \cap W)$ pode ser maior que a verdadeira distância $d(u, \mathbf{x})$. De fato, é sempre verdade que $d(u, \mathbf{x} \cap W) \geq d(u, \mathbf{x})$.

Se nenhuma correção para os efeitos de borda for considerada, então as estimativas para as funções F e G são negativamente viesadas. As estimativas para F e G baseadas em \mathbf{x} , sem correção para esses efeitos, são dadas por:

$$\hat{F}_{un}(r) = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m \mathbf{1}\{d(u_j, \mathbf{x} \cap W) \leq r\} \quad (4.18)$$

$$\hat{G}_{un}(r) = \frac{1}{n(x)} \sum_i \mathbf{1}\{d(x_i, \mathbf{x} \cap W \setminus x_i) \leq r\} \quad (4.19)$$

A menor distância observada é maior ou igual à verdadeira menor distância, logo:

$$\mathbf{1}\{d(u, \mathbf{x} \cap W) \leq r\} \leq \mathbf{1}\{d(u, \mathbf{x}) \leq r\} \quad (4.20)$$

sendo $\hat{F}_{un}(r)$ um estimador negativamente viesado de $F(r)$. De maneira similar $\hat{G}_{un}(r)$ é negativamente viesado para $G(r)$. O viés de efeito de borda resultante pode ser significativo e levar a resultados enganosos.

4.3.4.1 Correção dos efeitos de borda para Função F

Ao se considerar a correção dos efeitos de borda ao se estimar o valor de $F(r)$ para uma distância particular r , o que se faz é simplesmente restringir atenção aos locais de teste u para os quais o disco $b(u, r)$ cai inteiramente dentro de W . Para tais locais, o valor de $d(u, \mathbf{x})$ é observado corretamente, ou seja, $d(u, \mathbf{x} \cap W) = d(u, \mathbf{x})$. Esses são os locais u que caem dentro da janela erodida $W_{\ominus r}$ (como ilustrado na Figura 15).

Em termos teóricos:

$$\mathbf{x}_{\oplus r} \cap W_{\ominus r} = (\mathbf{x} \cap W)_{\oplus r} \cap W_{\ominus r} \quad (4.21)$$

em que o lado direito é calculado a partir dos dados obtidos de $\mathbf{x} \cap W$.

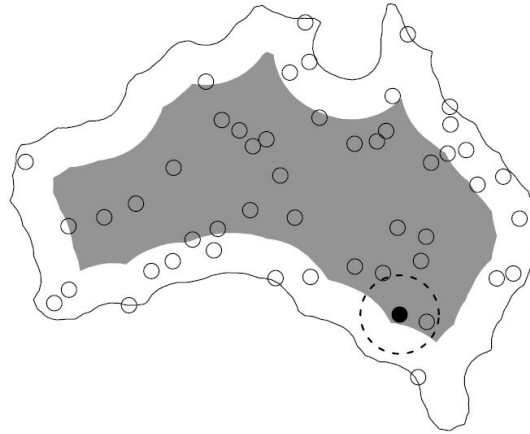


Figura 15 – Método *border* para correção dos efeitos de borda para a função K . As distâncias consideradas para cálculo da função são apenas aquelas avaliadas para pontos x_i que caem ao menos r unidades distantes do limite da janela. São esses os pontos que caem dentro da área sombreada $W_{\ominus r}$ (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015).

Seja a função distribuição acumulada empírica de F , aplicada a um *frame* B :

$$\hat{F}(r) = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m \mathbf{1}\{d(u_j, x) \leq r\} \quad (4.22)$$

Podem ser obtidos estimadores não-viesados de $F(r)$ tomando-se $B = W_{\ominus r}$ na Equação 4.22. Suponha u_1, \dots, u_m uma grade (ou mesmo outro tipo de arranjo espacial) de pontos de teste na janela W . Seja $b_j = d(u_j, W^c)$ a distância de u_j até o limite da janela. Logo u_j pertence a $W_{\ominus r}$ se $b_j > r$. Tomando $B = W_{\ominus r}$ na Equação 4.22, o estimador de $F(r)$ para correção de efeitos de borda, baseado nos pontos de teste u_j será:

$$\hat{F}_{bord}(r) = \frac{\sum_j \mathbf{1}\{d(u_j, \mathbf{x} \cap W) \leq r\} \mathbf{1}\{b_j > r\}}{\sum_j \mathbf{1}\{b_j > r\}} \quad (4.23)$$

a fração de pontos de teste, entre aqueles que caem dentro de $W_{\ominus r}$, que possuem distância do tipo *empty-space* menor ou igual a r .

O estimador presente na Equação 4.23 é também conhecido como estimador "*minus sampling*" (MILES, 1974), "*border correction*" (RIPLEY, 1988), ou "*reduced sample*" (BADDELEY; GILL, 1993). A correção para os efeitos de borda pode ser calculada pela Equação 4.23, sendo $F_{bord}(r)$ um estimador não-viesado de $F(r)$.

4.3.4.2 Correção dos efeitos de borda para Função G

De maneira similar ao se estimar o valor de $G(r)$ para uma distância particular r , para correção dos efeitos de borda restringe-se atenção aos pontos x_i para os quais o disco $b(x_i, r)$ cai completamente no interior de W . Para esses pontos, a distância aos vizinhos mais próximos é observada corretamente, ou seja, $d_i = d(x_i, \mathbf{X} \cap W | x_i) = d(x_i, \mathbf{X} \setminus x_i)$.

Os pontos selecionados x_i são aqueles inseridos na janela erodida $W_{\ominus r}$ ilustrada anteriormente na Figura 15, ou ainda de maneira equivalente, os pontos para os quais a distância limite $b_i = d(x_i, W^c)$ é maior ou igual a r . O estimador de $G(r)$ para correção de efeitos de borda é (RIPLEY, 1977):

$$\hat{G}_{bord}(r) = \frac{\sum_i \mathbf{1}\{b_i \geq r \text{ e } d_i \leq r\}}{\sum_i \mathbf{1}\{b_i \geq r\}} \quad (4.24)$$

a fração de pontos, entre aqueles que caem dentro de $W_{\ominus r}$, cujo vizinho mais próximo encontra-se a uma distância inferior a r .

Seja a função distribuição acumulada de G :

$$\hat{G}(r) = \frac{1}{n(x \cap B)} \sum_i \mathbf{1}\{d_i \leq r\} \quad (4.25)$$

Tomando-se $B = W_{\ominus r}$ na Equação 4.25, encontramos que $\hat{G}_{bord}(r)$ é aproximadamente um estimador não-viesado de $G(r)$.

O cálculo das funções F e G para um processo pontual (microestrutura) X foi realizado através das funções **Fest(X)** e **Gest(X)**, respectivamente, implementadas pelo pacote *spatstat* (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015), disponível no ambiente de software R. As funções foram estimadas para cada microestrutura real e simulada, com uso do argumento "*rs*" ("*reduced sample*") como opção de correção dos efeitos de borda.

4.3.5 Função *pair correlation* (Função g)

A função distribuição radial, também chamada de função correlação de pares, descreve como a densidade espacial média de fibras varia em função da distância do centro de uma determinada fibra. Diferentemente da função $K(r)$, é calculada pela contribuição apenas das distâncias entre pontos iguais a r .

Uma maneira popular de se estimar a função *pair correlation* é usando estimativa de densidade Kernel (STOYAN; KENDALL; MECKE, 1987). Em grandes

datasets, métodos baseados em histogramas também podem ser usados, os quais são bastante comuns em aplicações de astronomia.

Tomando-se qualquer estimador com correção de borda da função K , da forma da Equação 4.15, suponha que se substitua o indicador $\mathbf{1}\{d_{ij} \leq r\}$ por um termo kernel $\kappa(d_{ij} - r)$ para se obter uma estimativa suavizada de $K'(r)$ e então se aplique esse termo à equação da função g , a fim de se obter um estimador kernel do tipo ‘fixed-bandwidth’ (STOYAN; STOYAN, 1995):

$$\hat{g}(r) = \frac{|W|}{2\pi r n(n-1)} \sum_{i=1}^n \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^n \kappa_h(r - d_{ij}) e_{ij}(r) \quad (4.26)$$

onde $d_{ij} = \|x_i - x_j\|$ é a distância interpontos entre o i -ésimo e o j -ésimo pontos, $e_{ij}(r)$ é um fator de correção de borda e κ_h é o estimador kernel, com ‘bandwidth’ $h > 0$.

O kernel κ_h é uma versão reescalada do kernel padrão κ :

$$\kappa_h(x) = \frac{1}{h} \kappa \frac{x}{h} \quad (4.27)$$

onde κ é qualquer função escolhida de densidade probabilidade sobre a linha real, com média 0. Por exemplo, κ poderia ser a densidade normal padrão (Gaussiana), então κ_h seria a densidade normal com média 0 e desvio padrão h . A convenção adotada no pacote *spatstat* e em R, os quais foram utilizados neste trabalho para cálculo da função *pair correlation*, é que o kernel padrão κ tenha desvio padrão 1, de modo que κ_h tenha desvio padrão h . O ‘smoothing bandwidth’ é o desvio padrão do estimador kernel.

A escolha usual do estimador kernel para funções de correlação de pares é o ‘Epanechnikov kernel’ com meia largura w :

$$\epsilon_w(x) = \frac{3}{4w} \left(1 - \frac{x^2}{w^2}\right)_+ \quad (4.28)$$

onde $(x)_+ = \max(0, x)$. O kernel é uma função quadrática truncada no intervalo $[-w, w]$. O desvio padrão de $\epsilon_w(x)$ é $h = w/\sqrt{5}$, logo o kernel do *bandwidth* h é $\kappa_h(x) = \epsilon_{h\sqrt{5}}(x)$.

Para o cálculo da Equação 4.26 na prática, é necessário escolher um valor para o *bandwidth* h , e como é comum em análise de dados, essa escolha envolve um compromisso entre viés e variabilidade (*bias–variance tradeoff*). Para valores exageradamente grandes de h , a variabilidade será bem controlada porém a forma

da função \hat{g} será *oversmoothed*, logo detalhes importantes da função correlação de pares serão perdidos. Por outro lado, para valores excessivamente pequenos de h , as estimativas da função \hat{g} apresentarão alta variância, e a forma de \hat{g} será errática.

A regra de ouro padrão (ILLIAN et al., 2008) é a de se escolher a meia largura w do kernel de Epanechnikov (Equação 4.28) como sendo $w = c/\sqrt{\hat{\lambda}}$, onde c é uma constante entre 0,1 e 0,2. Isso corresponde a se considerar o *bandwidth* igual a:

$$h = \frac{c'}{\sqrt{\hat{\lambda}}} \quad (4.29)$$

onde $c' = c/\sqrt{5}$ encontra-se entre 0,045 e 0,090.

O cálculo da estimativa da função correlação de pares \hat{g} , para um processo pontual (microestrutura) X , foi realizado através da função **pcf(X)**, implementada pelo pacote *spatstat* (BADDELEY; RUBAK; TURNER, 2015), disponível no ambiente de software R. A função **pcf()**, por padrão, utiliza o estimador descrito pela Equação 4.28, com o kernel de Epanechnikov, com o *bandwidth* w selecionado pela regra de Stoyan (Equação 4.29), com $c = 0,15$ e, portanto, $c' = 0,067$.

As funções foram estimadas para cada microestrutura real e simulada, com uso do argumento "border" como opção de correção dos efeitos de borda.

4.4 Simulação microestrutural

4.4.1 Descrição do algoritmo

A metodologia de simulação se baseou no algoritmo proposto em (PATHAN et al., 2017). O algoritmo gera inicialmente uma microestrutura cuja configuração é uma realização de um processo pontual de Poisson homogêneo, também chamado de processo de completa aleatoriedade espacial (CSR).

Foram utilizadas como variáveis de entrada do modelo, a distribuição dos raios das fibras e a distribuição da fração volumétrica de fibra, ambos obtidos experimentalmente a partir da metodologia proposta.

As fibras são adicionadas de maneira iterativa como eventos independentes, em que a cada fibra adicionada, um raio é associado a ela, cujo valor é extraído da distribuição obtida experimentalmente. Esse processo se repete até que a fração volumétrica de fibra observada para a microestrutura gerada é igual ou imediatamente maior que o valor inicialmente associado a ela.

Configura-se então um problema de otimização não-linear, cuja função

objetivo traduz-se como o somatório da função penalidade para cada violação da restrição $\alpha_i = \langle b_i - g_i(x) \rangle^2$. O problema de otimização é descrito matematicamente por:

$$\min: F = \sum_{k=1}^{N_c} \alpha_k^2 \quad (4.30)$$

$$\text{s.a: } \sqrt{(x_i - x_j)^2 + (y_i - y_j)^2} \geq R_i + R_j + l_{min}, \quad \forall i, j \in \mathbb{N}, \quad i \neq j \quad (4.31)$$

onde l_{min} é a distância mínima entre fibras, x_i, y_i e R_i são as coordenadas e o raio da i -ésima partícula gerada, respectivamente.

O método L-BFGS-B (baseado no método de otimização quasi-Newton) foi usado para resolver o problema de otimização. O solver identifica a direção de busca baseado em $\Delta x = -[H(F)]^{-1} \Delta F$, onde H é a matriz Hessiana, ΔF é o gradiente da função F e Δx é a mudança no vetor de posição das partículas.

5 RESULTADOS

Um compósito laminado de fibra de carbono e matriz epoxídica, com orientação unidirecional, foi obtido pela técnica de *filament winding*. Após a fabricação do compósito, amostras foram preparadas seguindo a metodologia de preparação metalográfica, evidenciando-se a seção transversal do material, para posterior imageamento fotomicrográfico. Imagens digitais obtidas por microscopia óptica da seção transversal dos compósitos foram o ponto de partida da metodologia proposta (Figura 16).

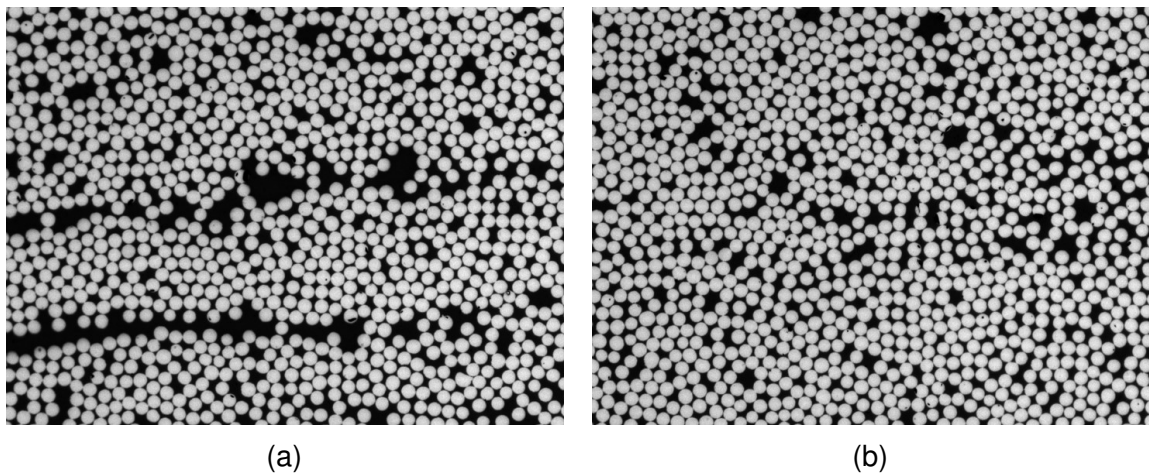


Figura 16 – Micrografias obtidas da seção transversal do compósito (microscopia óptica, aumento 320x). Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.

Uma primeira análise qualitativa das imagens já permite verificar que se trata de um material que apresenta certo grau de heterogeneidade na distribuição espacial das fibras ao longo de sua seção transversal. Para caracterização microestrutural do compósito de maneira quantitativa, as imagens foram processadas computacionalmente para extração de suas principais características.

5.1 Detecção de fibras por processamento de imagens

Uma das técnicas utilizadas para detecção das fibras foi a de limiarização por equilíbrio de histograma, através do método de Otsu. Como trata-se de um método não-supervisionado, a única variável de entrada requerida é a imagem a ser processada. O histograma gerado a partir das intensidades normalizadas dos pixels da imagem, bem como a máscara binária da microestrutura gerada a partir

da aplicação dessa técnica a uma imagem original do compósito são mostrados na Figura 17.

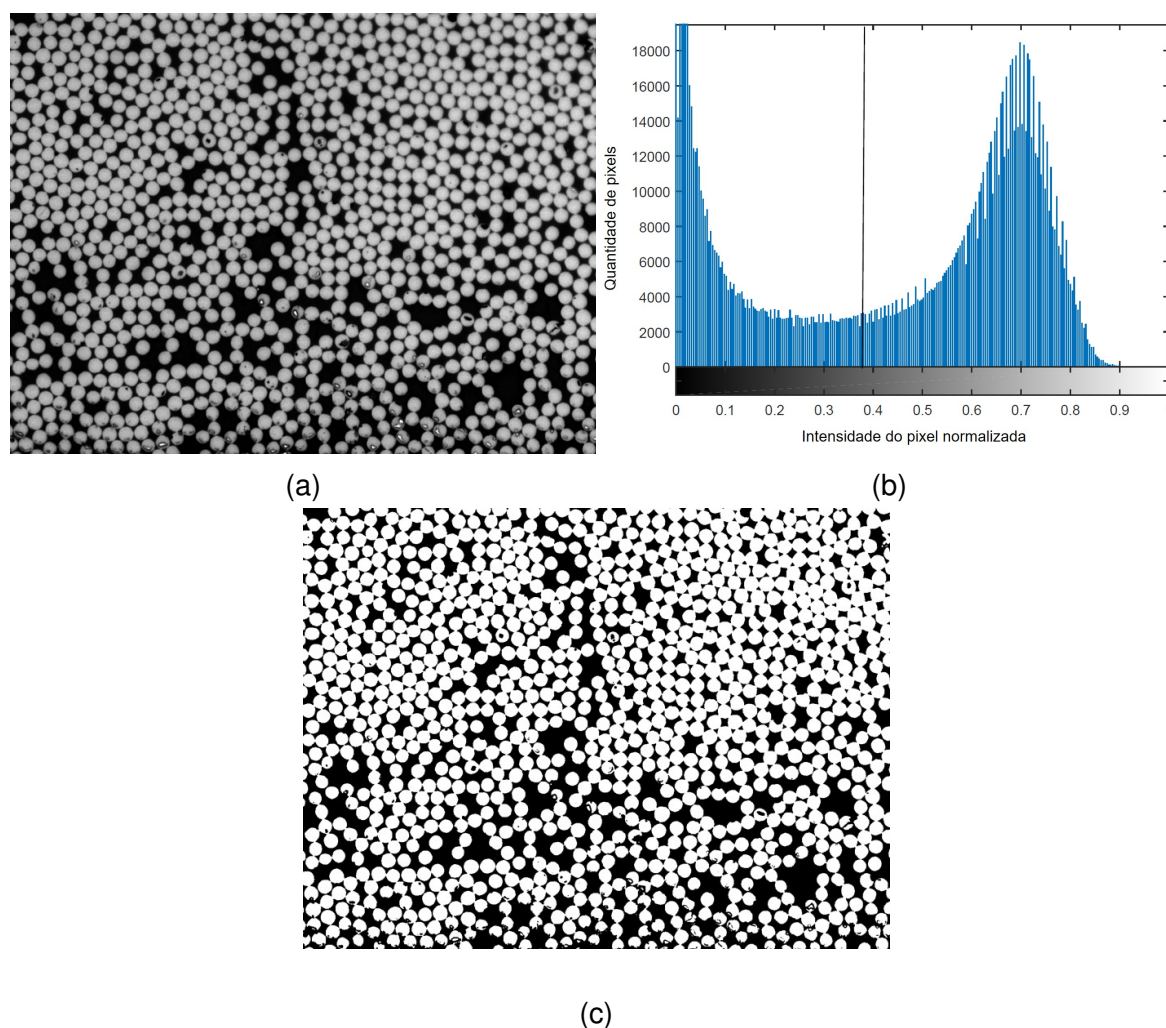


Figura 17 – Imagem original do compósito (a), histograma das intensidades dos pixels da imagem original (b), em que a linha vertical representa o valor limiar obtido pelo método de Otsu, e máscara binária da microestrutura gerada após aplicação do método de Otsu (c). Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.

As estatísticas resumo dos valores limiares de intensidade de pixel obtidos para cada imagem do compósito estão sumarizados na Tabela 1.

Tabela 1 – Estatísticas resumo para os valores limiares de intensidade de pixel obtidos para cada imagem do compósito pelo método de Otsu.

Mínimo	1º Quartil	Mediana	Média	3º Quartil	Máximo	Desvio padrão
0,3569	0,4157	0,4353	0,4455	0,4676	0,5725	0,0460

Outra técnica utilizada para detecção das fibras foi a Transformada Circular de Hough (CHT). Uma das variáveis de entrada do algoritmo que implementa esse método é o intervalo de raios que o artefato a ser detectado se encontra in-

serido. O diâmetro médio das fibras informado pelo fabricante é de $7 \mu\text{m}$, o que se verifica por uma rápida inspeção com recurso de medição de distâncias na imagem (nas imagens apresentadas a seguir, cada pixel equivale a aproximadamente $0,20 \mu\text{m}$).

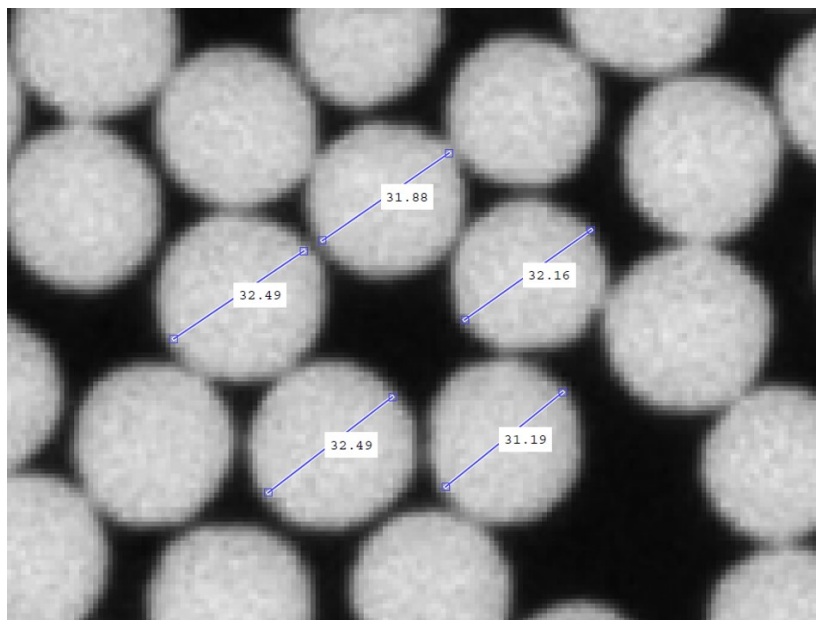


Figura 18 – Medições em pixels para cinco fibras de uma região escolhida aleatoriamente. Nota-se que o diâmetro das fibras encontra-se próximo ao informado pelo fabricante (1 pixel equivale a aproximadamente $0,20 \mu\text{m}$).

O intervalo de medidas dos raios das fibras foi determinado aplicando-se o algoritmo CHT em um intervalo mais abrangente, $[10, 25]$ pixels, escolhido sem critério pré-determinado, sob a única restrição de conter o raio médio das fibras informado pelo fabricante. A distribuição dos raios dos artefatos circulares detectados por essa execução é mostrada na Figura 19. Para as 200 imagens foram detectados 209.156 artefatos circulares. As estatísticas resumo estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Estatísticas resumo para o conjunto dos raios das fibras detectadas. As medidas abaixo encontram-se em μm .

Mínimo	1º Quartil	Mediana	Média	3º Quartil	Máximo	Desvio padrão
4,386	6,417	6,635	6,614	6,834	9,565	0,340

O algoritmo CHT mostrou-se apropriado à detecção das fibras nas imagens micrográficas, como ilustrado na Figura 20. Isso se justifica pelo caráter circular das fibras, ou seja, quanto mais circular a geometria da fibra, mais preciso foi a estimativa de seus atributos coordenadas de centro e raio. Com a reprodução das microestruturas através de BMM foi possível corrigir defeitos originados da prepara-

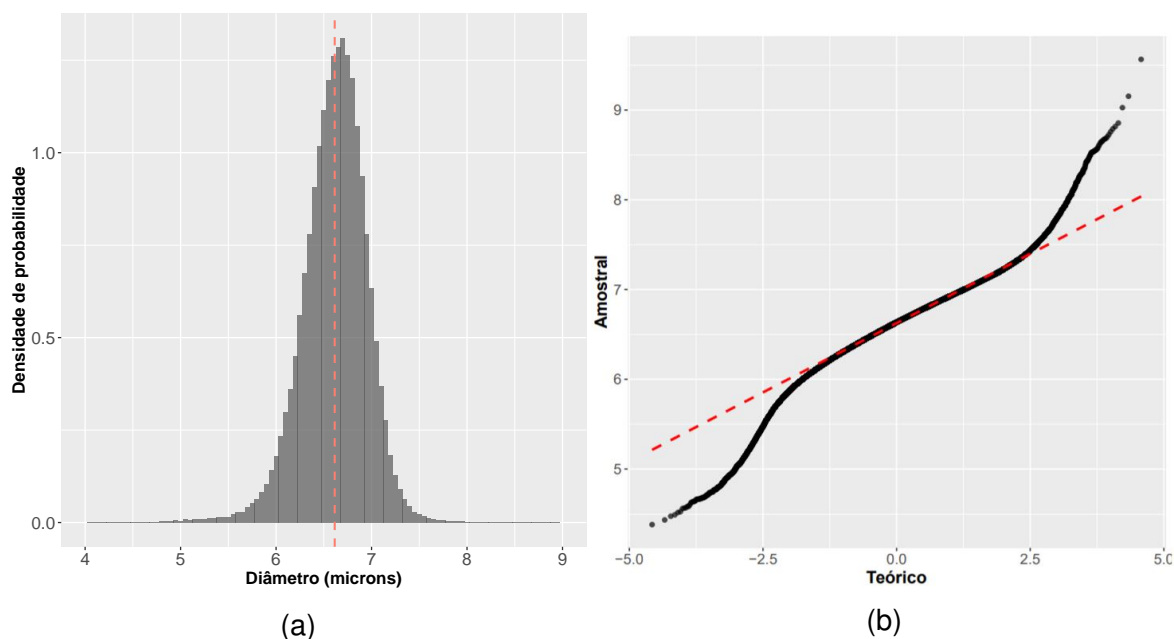


Figura 19 – Distribuição amostral do diâmetro das fibras detectadas. Esquerda: histograma. Direita: gráfico quantil-quantil com linha da distribuição normal tracejada em vermelho.

ção das amostras, eliminando possíveis vieses na caracterização microestrutural do compósito.

5.2 Caracterização espacial da microestrutura

5.2.1 Fração volumétrica local de fibra

A fração volumétrica local de fibra calculada pelas técnicas CPU (para as máscaras binárias geradas pelo algoritmo de Otsu e pelo algoritmo CHT) e pela técnica RA (para as máscaras binárias geradas apenas pelo algoritmo CHT) é mostrada no boxplot e no violinplot da Figura 22. Também foram plotados os resultados obtidos com a técnica de digestão ácida, utilizada como benchmark. Outras estatísticas resumo para comparação das técnicas são encontradas na Tabela 3.

Tabela 3 – Estatísticas resumo para a fração volumétrica local de fibra obtida por diferentes técnicas.

	Média(%)	Desvio padrão(%)	Coefficiente de variação	Erro absoluto(%)
CPU-Hough	60,72	2,24	0,037	5,74
CPU-Otsu	62,18	2,23	0,036	4,28
RA-Hough	64,86	1,09	0,017	1,60
Digestão	66,46	1,09	0,016	-

A fração volumétrica média obtida pela técnica RA foi a que se aproximou mais da medida pela técnica de digestão ácida, com erro absoluto de 1,60%. No

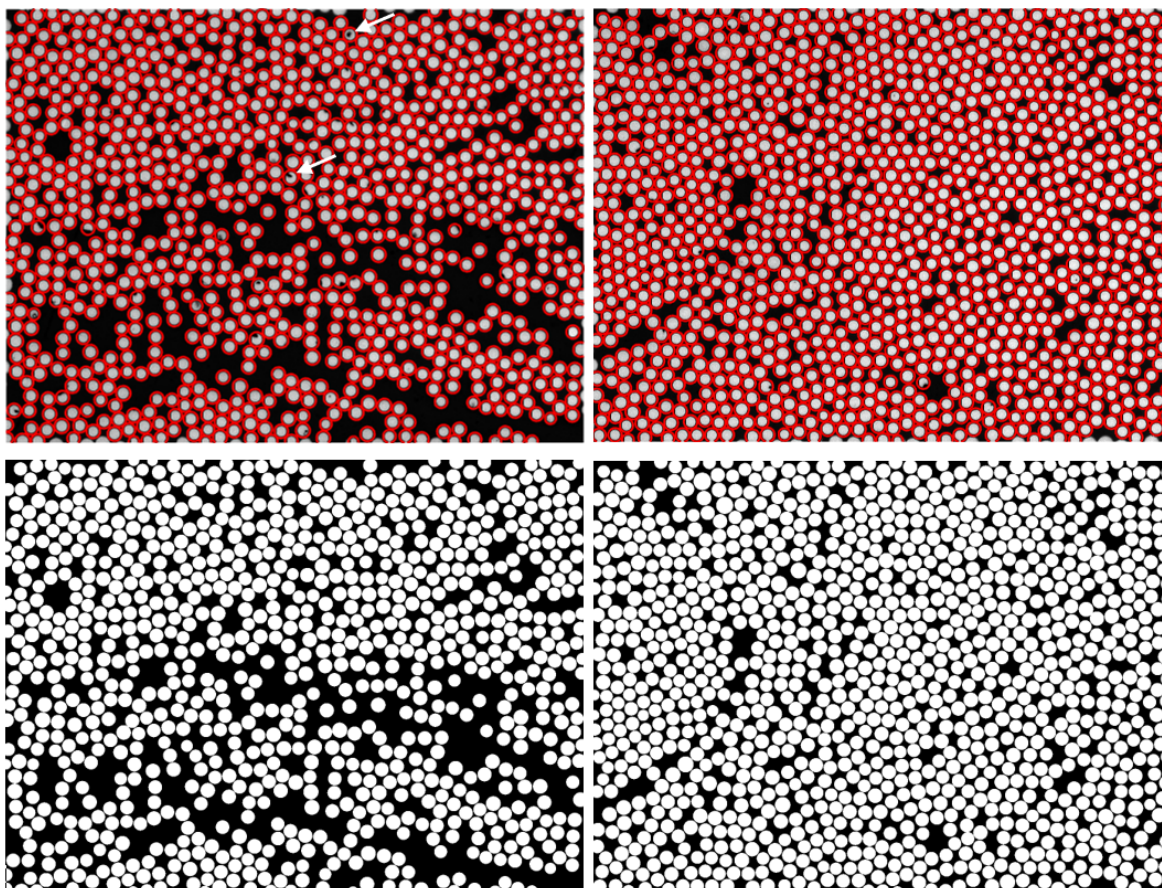


Figura 20 – Superior: As fibras circulares em vermelho foram detectadas pelo algoritmo CHT. As setas indicam defeitos na preparação da amostra. Inferior: Máscaras binárias geradas a partir das coordenadas de centro e raio de cada fibra detectada nas imagens originais. Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.

entanto, uma das grandes vantagens que se pode notar nos resultados obtidos, trata-se da sensibilidade das técnicas baseadas em imagem em revelar a variabilidade da fração volumétrica local de fibra no compósito. De fato, a microestrutura do compósito apresenta uma grande heterogeneidade, ou seja, a fração volumétrica local de fibra não é constante em todo material, e essa característica pode ser avaliada pela amplitude dos boxplots para as técnicas RA e CPU (Figura 21), enquanto a técnica de digestão química mostrou-se pouco sensível a detectar essa característica.

Quantitativamente, essa variabilidade está mais associada à amplitude amostral (máximo – mínimo) do que a medidas centrais de dispersão, como intervalo interquartil ou desvio padrão. Uma evidência disso é o fato de que, mesmo com amplitudes amostrais bastante distintas, as técnicas RA e de digestão ácida apresentaram o mesmo desvio padrão, como detalhado junto aos respectivos boxplots. A técnica CPU apresentou a maior amplitude amostral, 12,24%, mas com erro absoluto de 5,74% em relação ao benchmark, notavelmente superior ao apresentado pela

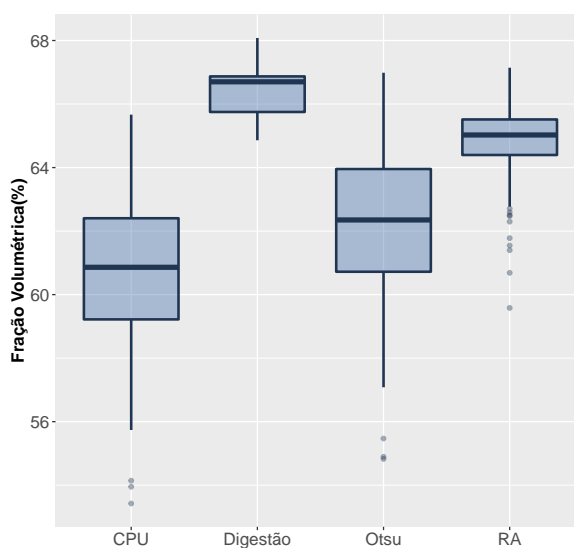


Figura 21

Figura 22 – Boxplots da fração volumétrica local de fibra obtida para as diferentes técnicas.

técnica RA.

5.2.2 Distâncias aos vizinhos mais próximos

Na Figura 23 é possível visualizar as distribuições dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos. Essas distribuições apresentam intervalos estreitos e picos pronunciados podem ser observados a distâncias de 6,96 μm e 7,20 μm , respectivamente. O diâmetro médio das fibras detectadas pelo algoritmo CHT foi de aproximadamente 6,61 μm , o que mostra que o espaçamento médio entre fibras se encontrou na faixa entre 0,35-0,59 μm .

A função densidade de probabilidade da distância dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos normalizada pelo dobro do raio médio das fibras é mostrada nas Figuras 24a e 24b, respectivamente. Uma observação importante que pode ser inferida é que a variância desse descritor é inversamente proporcional à fração volumétrica, tanto para os 1^{os} vizinhos quanto para os 2^{os} vizinhos mais próximos, com R -quadrado de 0,26 e 0,54 respectivamente, ambos estatisticamente significantes com p -valor inferior a 1% para os coeficientes das regressões (Figuras 24c e 24d). Tal fato implica que a largura da função densidade de probabilidade dos 1^{os} vizinhos é um indicador de ordem e logicamente um arranjo periódico possui variância zero. Também é esperado que a distância ao vizinho mais próximo seja maior ou igual a 1, indicativo de que não haja sobreposição de fibras. Uma vez que o raio das fibras é uma variável aleatória, existe uma probabilidade que duas fibras tenham raios

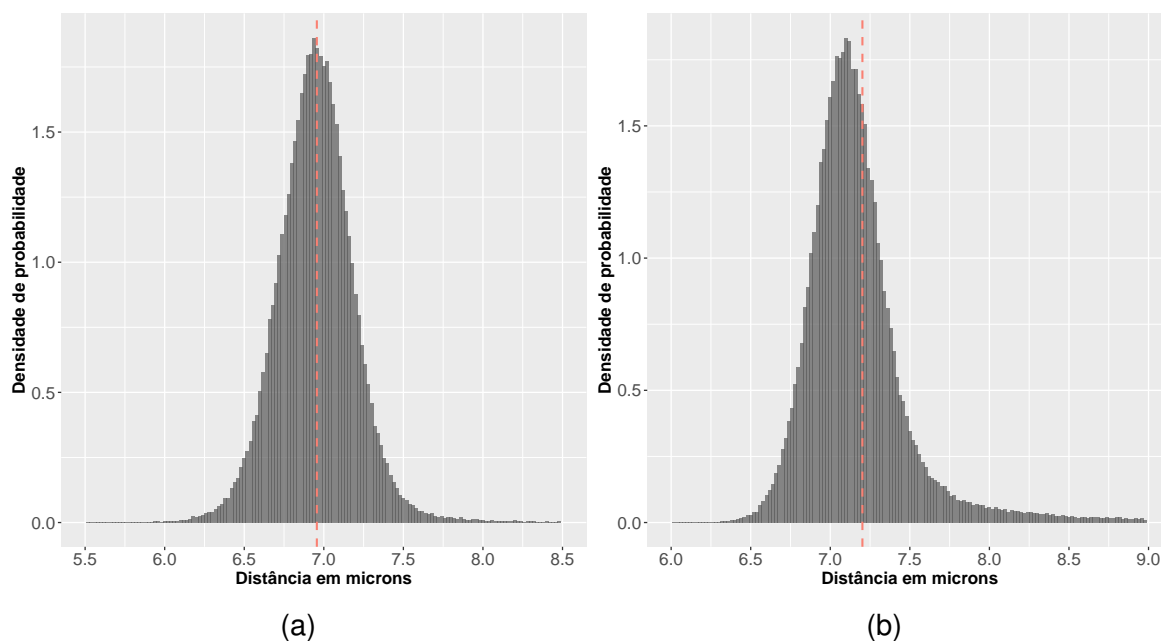


Figura 23 – Distribuição das distâncias dos 1^{os} (Esquerda) e 2^{os} (Direita) vizinhos mais próximos.

inferiores à média amostral e estejam muito próximas ou em contato, resultando num valor inferior a 1.

A magnitude das médias e variâncias calculadas em todas as microestruturas para as distâncias aos vizinhos mais próximos também de mais alta ordem são mostradas na Figura 25. Nota-se uma correlação positiva e um comportamento que cresce quase linearmente conforme se avança em um vizinho no cálculo do descritor.

5.2.3 Funções espaciais

As curvas da função $\hat{K}(r)$, calculadas a partir das microestruturas analisadas, são mostradas na Figura 26. Também foram plotadas as curvas dessa função calculada analiticamente para um padrão CSR, para fins de comparação e avaliação do grau de aleatoriedade da microestrutura. A função $\hat{K}(r)$ do compósito não identificou nenhuma interação a distâncias inferiores a aproximadamente $6,6 \mu\text{m}$, ponto em que a curva inicia um crescimento significativo.

De fato, essa distância limiar coincide com o diâmetro médio das fibras, por isso esse resultado era esperado. À distância de aproximadamente $7,5 \mu\text{m}$, a curva da função $\hat{K}(r)$ do compósito segue muito próxima à de um padrão CSR, indicando que as interações de curto alcance possuem um caráter marcadamente aleatório, com evidências da presença de clusters (distâncias para as quais a curva da função $\hat{K}(r)$ do compósito esteve acima da curva de um padrão CSR). A partir da

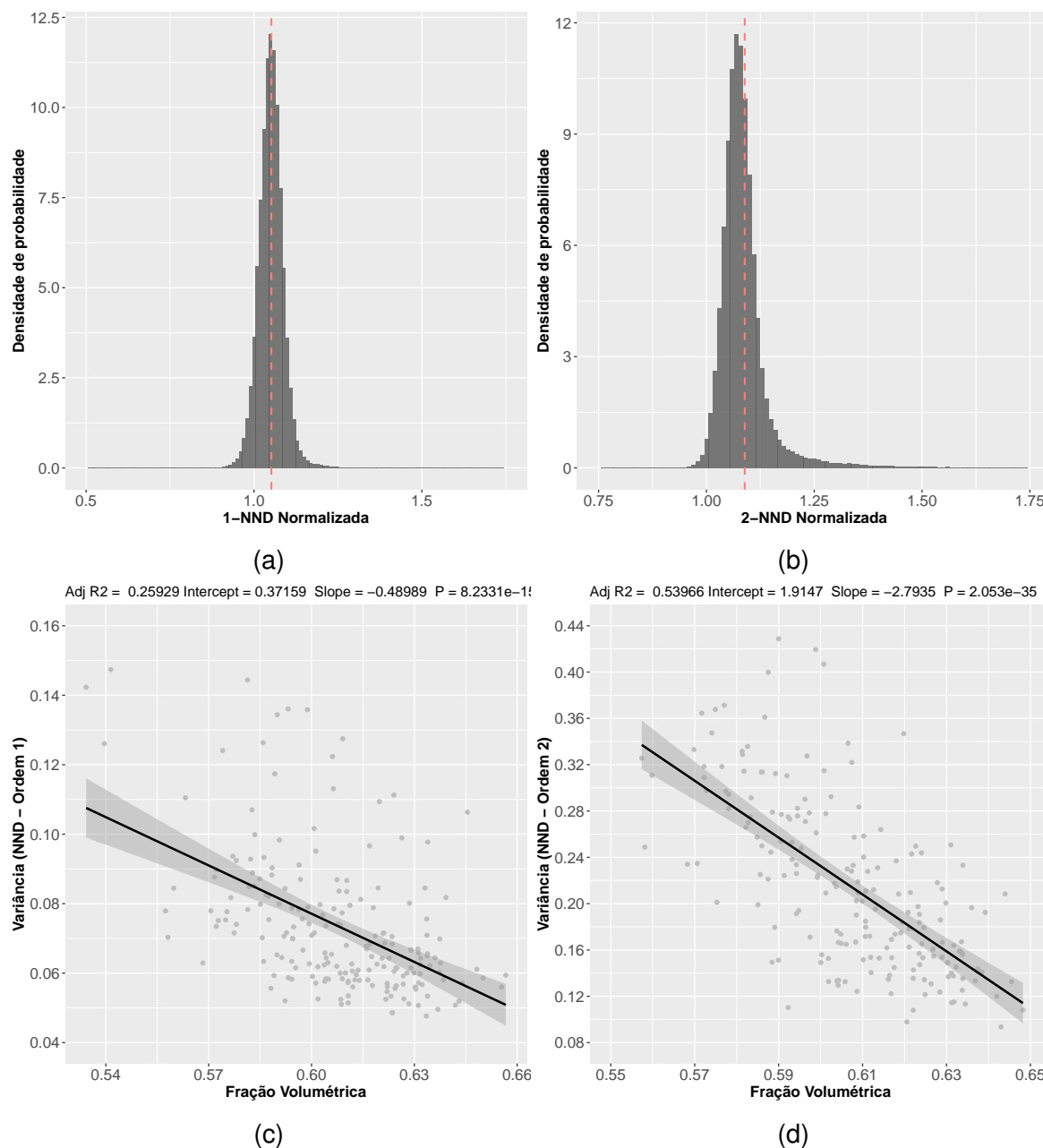


Figura 24 – Distâncias aos primeiros (a) e segundos (b) vizinhos mais próximos, normalizadas pelo dobro do raio médio das fibras. A linha tracejada representa o valor médio. Correlação negativa entre a fração volumétrica de fibra do compósito e a variância na distância aos primeiros (c) e segundos (d) vizinhos mais próximos.

distância de $8,5 \mu\text{m}$, no entanto, a curva da função $\hat{K}(r)$ do compósito se mantém sempre abaixo da curva de um padrão CSR, indicando que as interações de médio e longo alcance possuem maior grau de regularidade. De uma maneira geral, para várias distâncias a curva obtida para a função $\hat{K}(r)$ do compósito esteve abaixo da curva teórica para um padrão CSR, indicando que um ponto qualquer do processo (monofilamento de fibra) possui menos vizinhos que o esperado se o padrão espacial do compósito fosse de completa aleatoriedade.

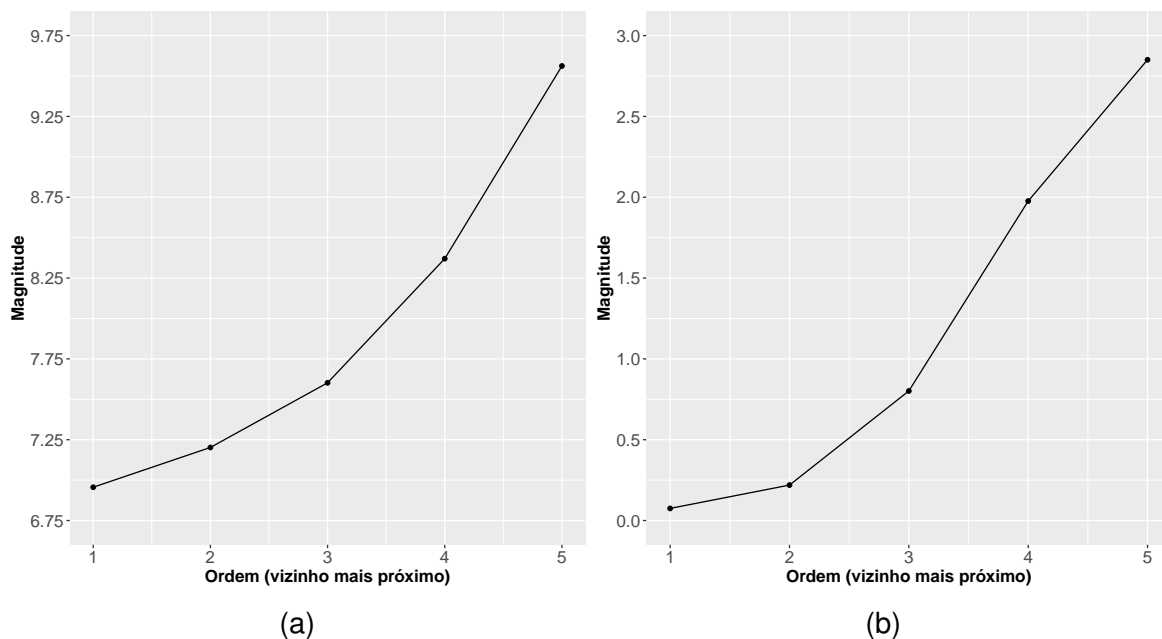


Figura 25 – Relação entre a média (a) e a variância (b) das distâncias, e o n-ésimo vizinho mais próximo.

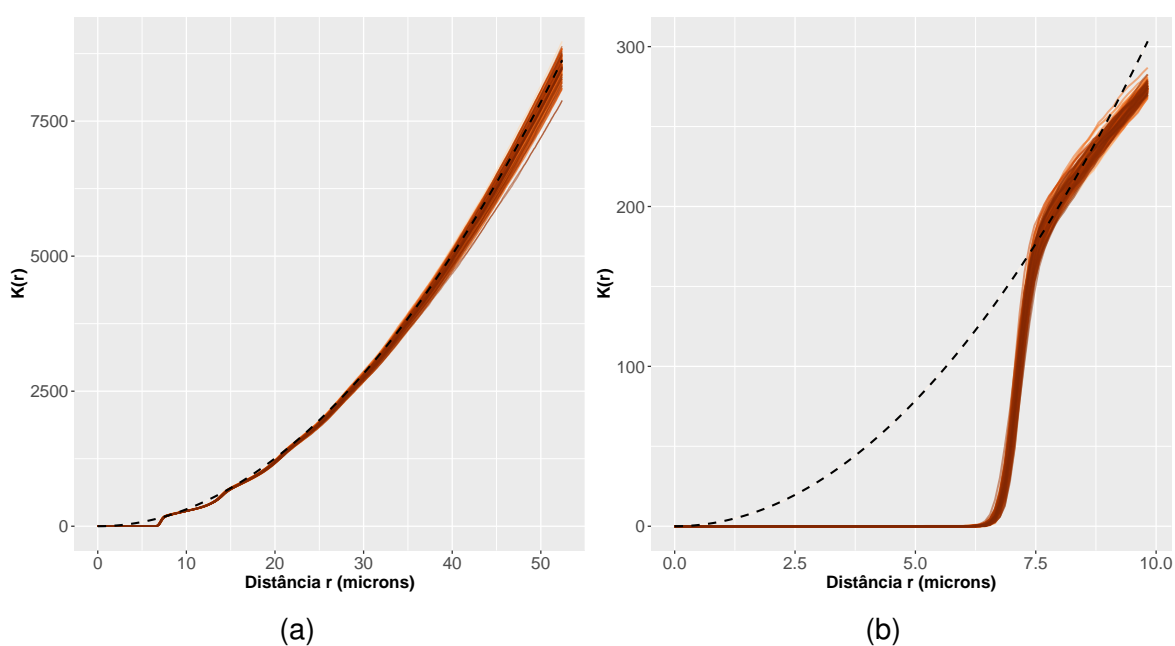


Figura 26 – Função $\hat{K}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

As curvas da função $\hat{L}(r)$ são mostradas na Figura 27. Assim como para a função $\hat{K}(r)$, também foi plotada a curva dessa função calculada analiticamente para um padrão CSR. O mesmo padrão observado nas curvas para a função $\hat{K}(r)$ se repete nas curvas da função $\hat{L}(r)$; nas interações de curto alcance, o padrão espacial de pontos observado para as fibras possui caráter mais aleatório em distâncias próximas a $7,5 \mu\text{m}$ e $15 \mu\text{m}$. Por outro lado, no intervalo entre esses dois

pontos e para as interações observadas a distâncias superiores a $15 \mu\text{m}$, o padrão espacial de pontos observado para as fibras possui maior grau de regularidade.

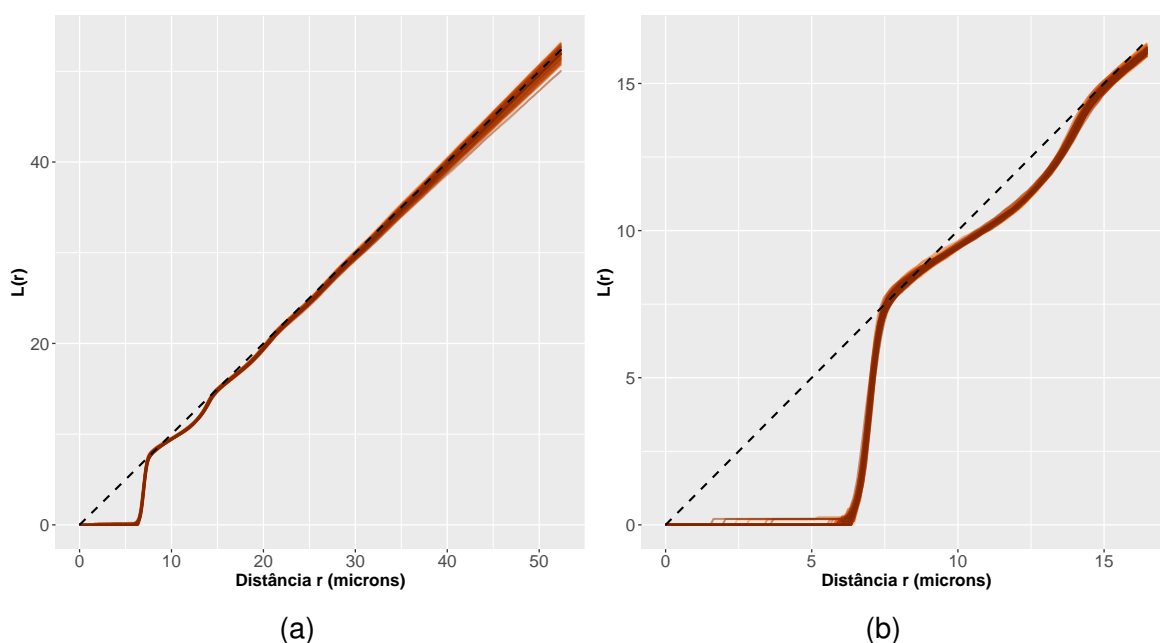


Figura 27 – Função $\hat{L}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

As curvas obtidas para a função $\hat{F}(r)$ são mostradas na Figura 28a. A interpretação de eventuais desvios observados das curvas empíricas para a função teórica $F(r)$ é oposta ao observado para a função $K(r)$. Nota-se que as curvas empíricas (linhas sólidas) encontraram-se acima da curva teórica avaliada para um padrão aleatório (linha preta tracejada), onde $\hat{F}(r) > F(r)$. Ou seja, para uma dada distância r , a probabilidade estimada de $d(u, \mathbf{X}) \leq r$ é maior do que seria encontrado para um padrão CSR. Conseqüentemente, as distâncias do tipo *empty-space* são inferiores do que o esperado se o padrão fosse completamente aleatório. Tal observação é consistente com padrões de pontos regulares.

Figura 28b apresenta as curvas estimadas para a função *nearest-neighbour distance distribution*, $\hat{G}(r)$, para cada microestrutura em estudo. A interpretação para eventuais desvios da curva teórica $G(r)$ é similar ao observado para a função $K(r)$, e o oposto da função $F(r)$. Nota-se que as curvas empíricas estimadas para a função *nearest-neighbour distance distribution* (linhas sólidas) encontram-se abaixo da curva teórica para um padrão completamente aleatório (linha preta tracejada), onde $\hat{G}(r) < G(r)$. As distâncias aos vizinhos mais próximos, encontradas para as fibras na microestrutura do compósito, são superiores ao esperado para um padrão completamente aleatório com mesma intensidade média. Essa observação é consistente com padrões de pontos regulares. Outra característica que a análise

dessas curvas permite observar é o fato da função $\hat{G}(r)$ ser zero para distâncias inferiores a aproximadamente $6 \mu\text{m}$, indicando a baixa ou nenhuma ocorrência de distâncias aos vizinhos mais próximos inferiores a $6 \mu\text{m}$. Tal observação é consistente com o histograma da distribuição das distâncias aos 1^{os} vizinhos mais próximos (Figura 23a).

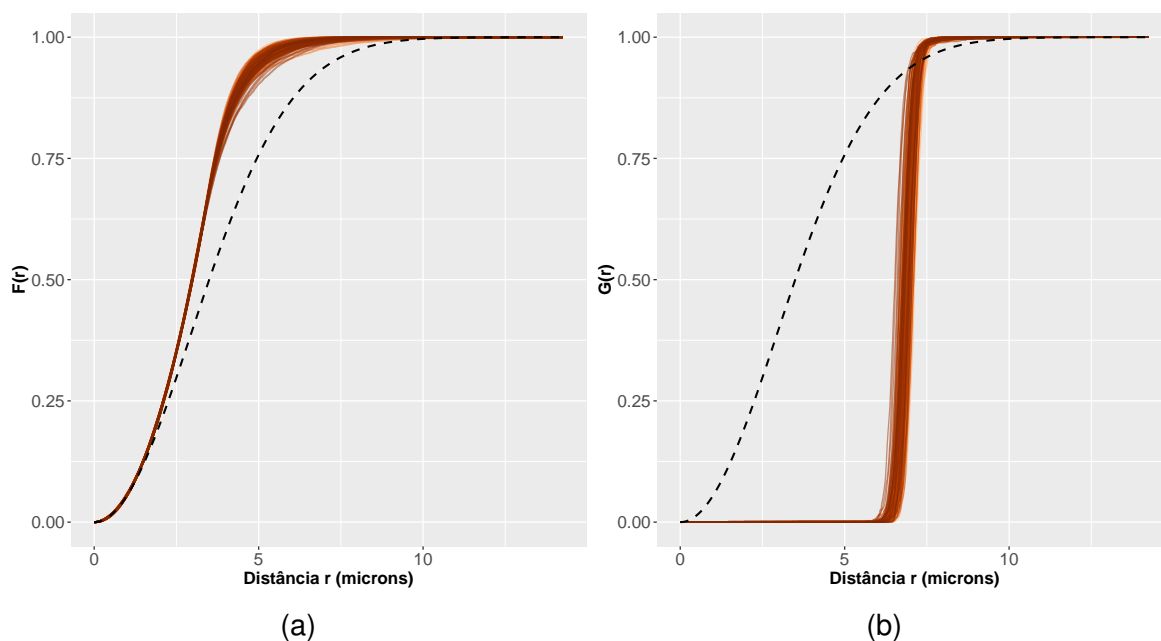


Figura 28 – Funções $\hat{F}(r)$ (Esquerda) e $\hat{G}(r)$ (Direita) avaliadas para o compósito. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

A função $g(r)$ avaliada para o compósito variou bastante com a distância, indicando presença de não-homogeneidade na densidade espacial das fibras, sobretudo olhando-se para as interações de curto alcance (Figura 29a). Para um padrão CSR, a função $g(r)$ assume sempre valor 1, indicando que a distância entre um certo par de fibras pode assumir qualquer valor com igual probabilidade. Para o compósito, a função $g(r)$ esteve abaixo desse valor para distâncias até $6,14 \mu\text{m}$, a partir da qual a função cresce acentuadamente a valores maiores que o de um padrão CSR, atingindo um máximo global à distância de $7,16 \mu\text{m}$. De fato, $g(r)$ é zero para $r \leq 6,14 \mu\text{m}$, pois o padrão espacial do compósito não apresentou, com frequência significativa, distâncias entre fibras menores que esse valor. Após atingir o máximo global a função volta a cair, retorna a 1, e se mantém oscilando. A partir de distâncias da ordem de $35 \mu\text{m}$, a função $g(r)$ do compósito oscila mais próxima a 1, o que indica que o compósito apresentou certa homogeneidade na densidade espacial das fibras para interações de longo alcance.

Por último, a função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo, para todas as microestruturas, é mostrada na Figura 29b. Observa-se

pouco grau de anisotropia, o que permite afirmar que não há indicações de ângulos preferenciais no ordenamento microestrutural.

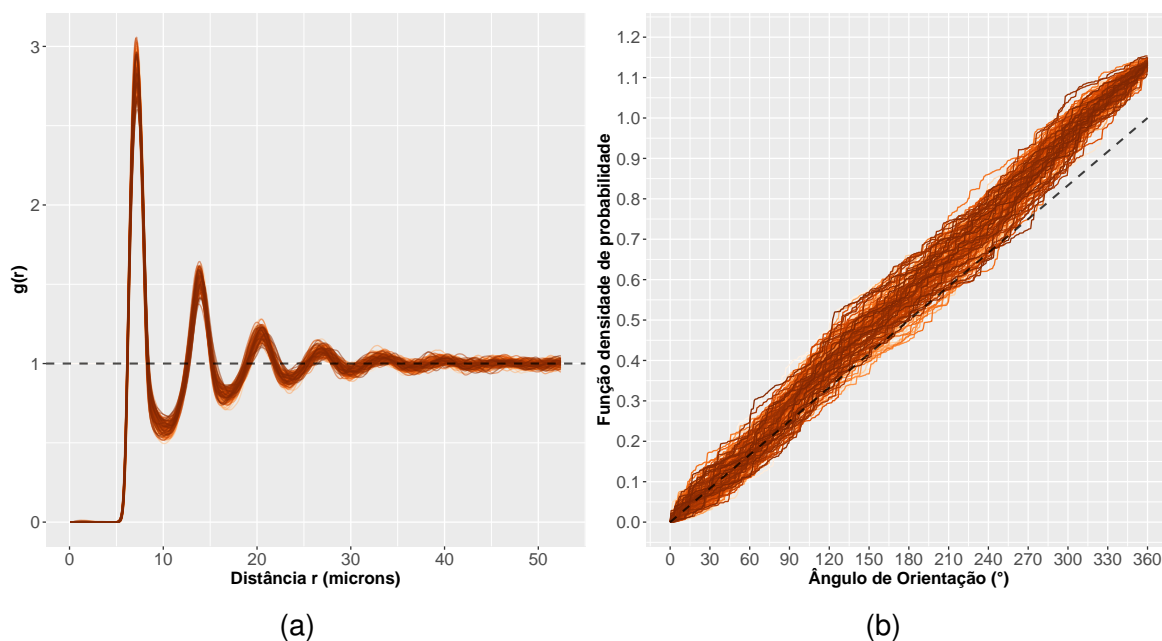


Figura 29 – Função distribuição radial $\hat{g}(r)$ (Esquerda) e função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (Direita). As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

5.3 Simulação microestrutural

A presente seção compreende resultados obtidos com a simulação microestrutural (Seção 4.4). Foram geradas computacionalmente 200 microestruturas partindo-se dos dados experimentais obtidos para o compósito real. Em particular, as microestruturas simuladas foram obtidas partindo-se uniformemente das distribuições experimentais dos raios e da fração volumétrica local de fibra pela técnica RA, avaliadas para o compósito real. Configurações iniciais e finais obtidas durante o processo de simulação microestrutural são mostradas na Figura 30.

Funções espaciais calculadas para a configuração inicial de cada microestrutura simulada, antes da etapa de otimização, são mostradas na Figura 31. As coordenadas de centro das fibras nessa etapa inicial foram geradas uniformemente pela área da microestrutura, ou seja, a configuração inicial de cada microestrutura simulada caracteriza um processo de completa aleatoriedade espacial (padrão CSR). Isso fica evidente ao se observar as curvas empíricas avaliadas para as funções $\hat{K}(r)$ (Figura 31a), $\hat{L}(r)$ (Figura 31b), $\hat{G}(r)$ (Figura 31c), $\hat{F}(r)$ (Figura 31d), $\hat{g}(r)$ (Figura 31e) e função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (Figura 31f). As curvas empíricas para essas funções seguiram o esperado para um padrão completamente aleatório (curvas tracejadas em preto).

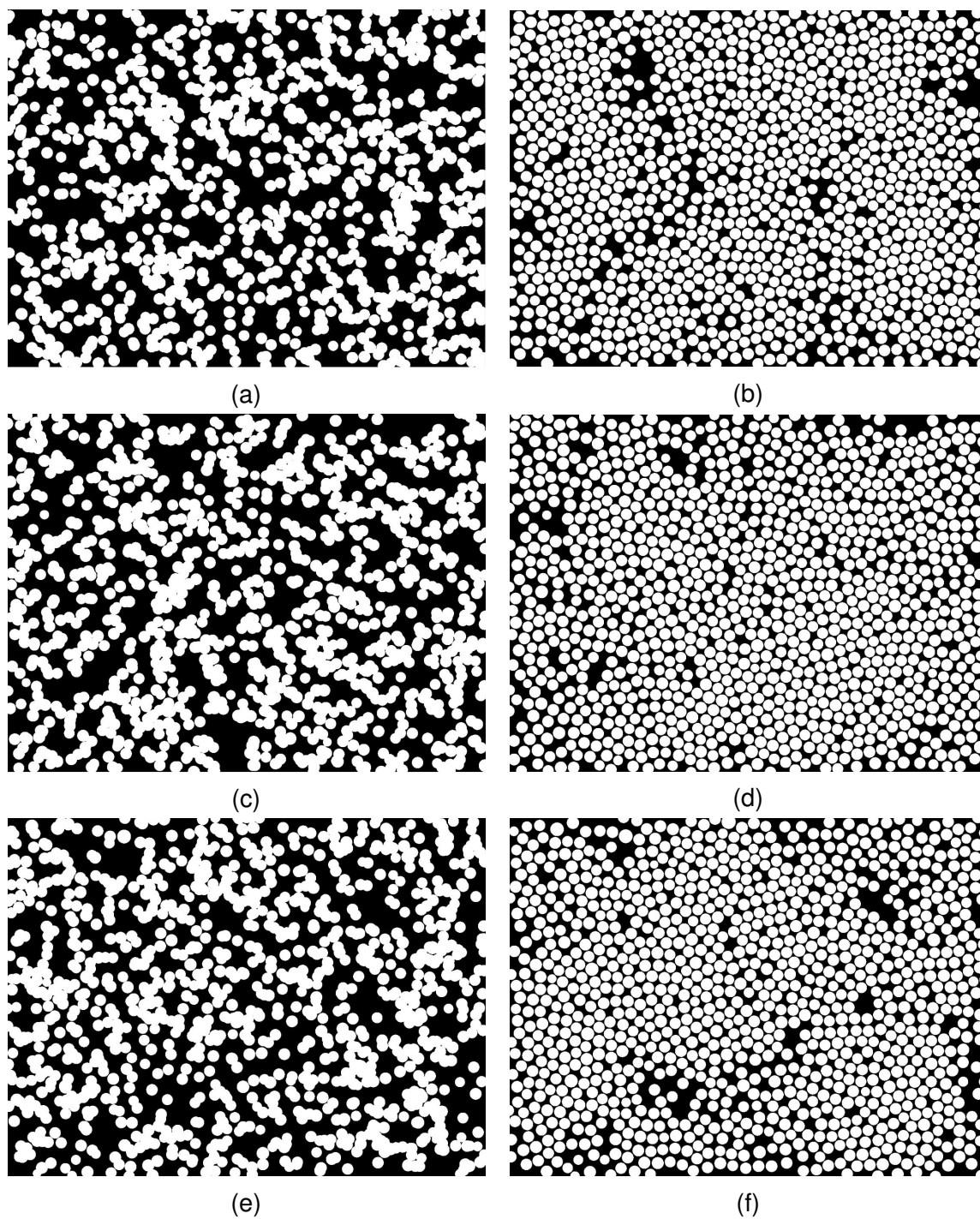


Figura 30 – Esquerda: Configuração inicial de microestruturas simuladas. Direita: Configuração final de microestruturas simuladas após algoritmo de otimização. Como referência, cada fibra possui aproximadamente $7\mu\text{m}$ de diâmetro.

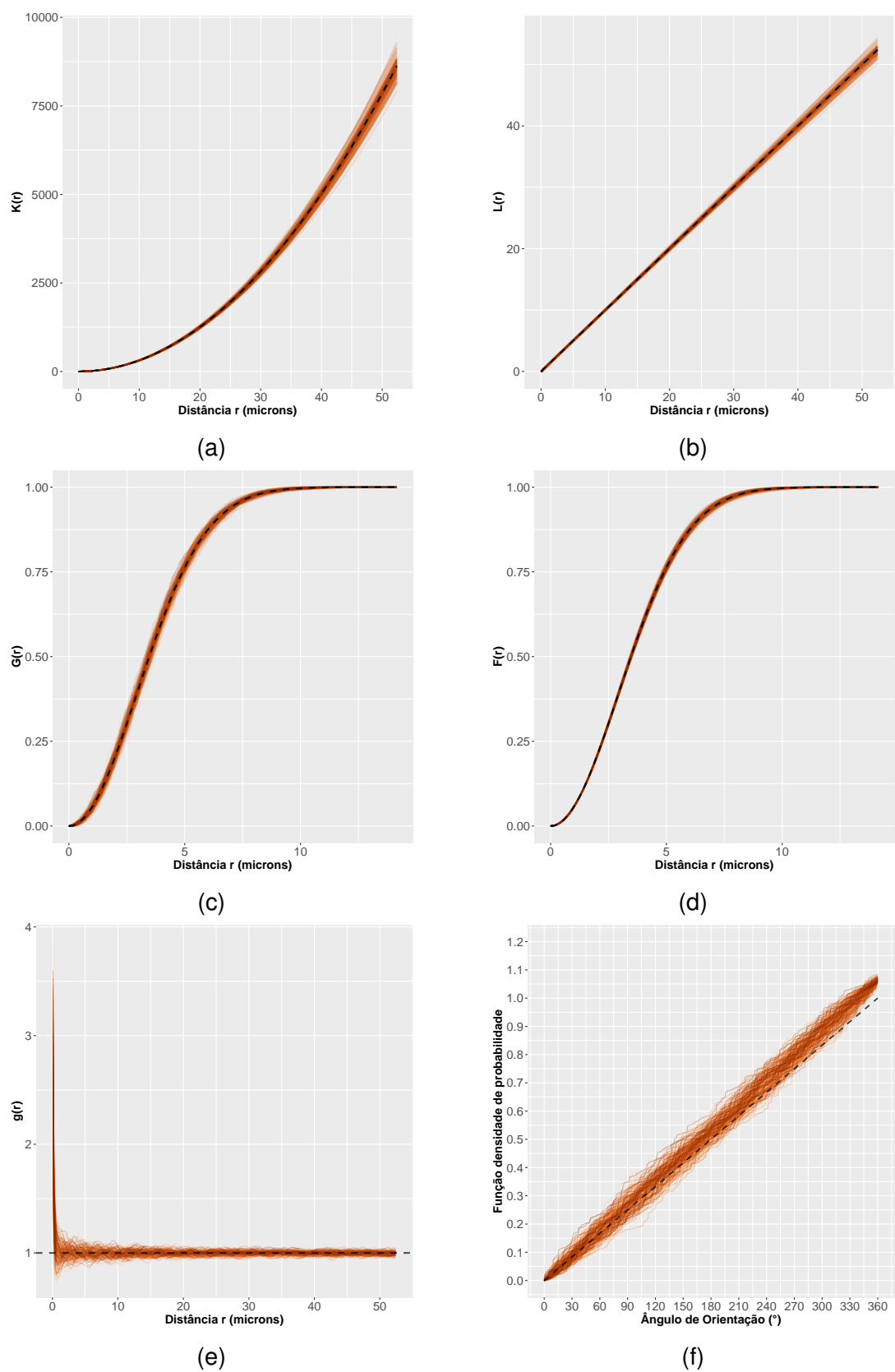


Figura 31 – Funções $\hat{K}(r)$ (a), $\hat{L}(r)$ (b), $\hat{G}(r)$ (c), $\hat{F}(r)$ (d), $\hat{g}(r)$ (e) e distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (f) calculadas para as microestruturas simuladas. As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

A distribuição dos diâmetros das fibras para as microestruturas simuladas é mostrada na Figura 32. Para as 200 microestruturas simuladas foram totalizadas 208.723 fibras. As estatísticas resumo estão apresentadas na Tabela 4.

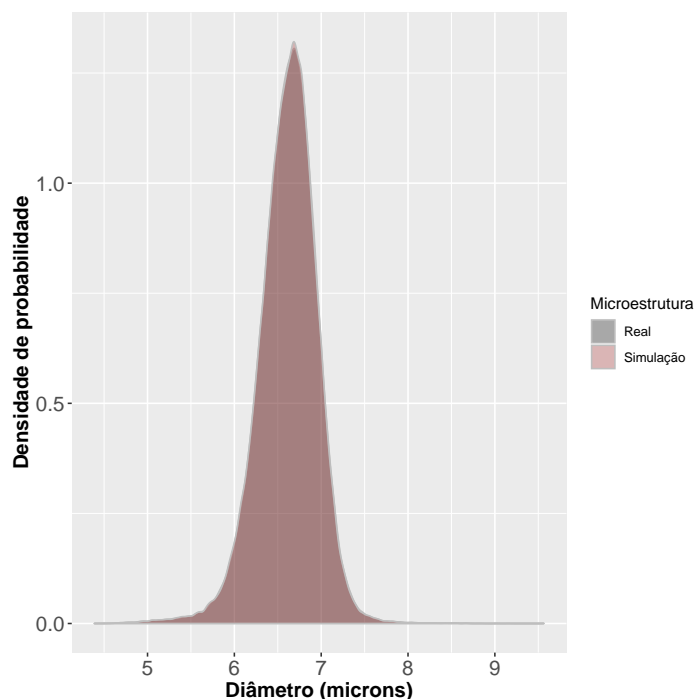


Figura 32 – Distribuição amostral do diâmetro das fibras para as microestruturas simuladas.

Tabela 4 – Estatísticas resumo para o conjunto dos diâmetros das fibras das microestruturas simuladas. As medidas abaixo encontram-se em μm .

Mínimo	1º Quartil	Mediana	Média	3º Quartil	Máximo	Desvio padrão
4,386	6,416	6,635	6,613	6,832	9,565	0,341

Observa-se por esses dados que a distribuição dos diâmetros das microestruturas simuladas reproduziu a distribuição avaliada para o compósito real.

5.3.1 Caracterização espacial das microestruturas simuladas

5.3.1.1 Fração volumétrica local de fibra

Estatísticas resumo para a fração volumétrica local de fibra calculada pelas técnicas CPU e RA para as microestruturas simuladas são mostradas na Tabela 5.

O erro absoluto para as técnicas foi avaliado com relação à fração volumétrica local média de fibra, calculada pela técnica CPU para o compósito real. Verifica-se um baixo erro absoluto, sobretudo para a técnica CPU, isso devido ao fato

Tabela 5 – Estatísticas resumo para a fração volumétrica local de fibra avaliada para as microestruturas simuladas.

	Média(%)	Desvio padrão(%)	Coefficiente de variação	Erro absoluto(%)
CPU	60,68	1,09	0,018	0,04
RA	63,50	0,24	0,004	1,36

de que o algoritmo de simulação microestrutural se baseou na distribuição da fração volumétrica local de fibra avaliada por essa técnica para o compósito real. Esse valor baixo encontrado para o erro absoluto sugere que o algoritmo de simulação microestrutural reproduziu de fato a fração volumétrica local de fibra.

As distribuições avaliadas para cada uma das técnicas é mostrada no boxplot da Figura 33.

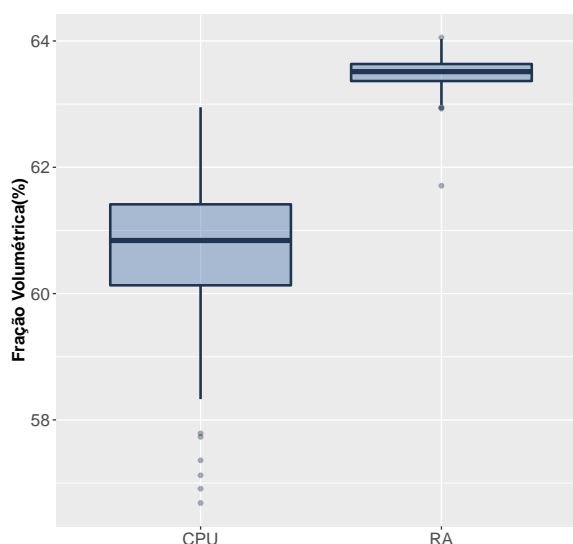


Figura 33 – Boxplot da fração volumétrica local de fibra obtida para as microestruturas simuladas.

5.3.1.2 Distâncias aos vizinhos mais próximos

Na Figura 34 é possível visualizar as distribuições dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos para as microestruturas simuladas. Essas distribuições apresentam intervalos estreitos e picos pronunciados podem ser observados a distâncias de 7,10 μm e 7,34 μm , respectivamente. O diâmetro médio das fibras foi de aproximadamente 6,61 μm , o que mostra que o espaçamento médio entre fibras se encontrou na faixa entre 0,49-0,73 μm .

A função densidade de probabilidade da distância dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos normalizada por duas vezes o raio médio das fibras para as microestruturas simuladas é mostrada nas Figuras 35a e 35b, respectivamente. Uma

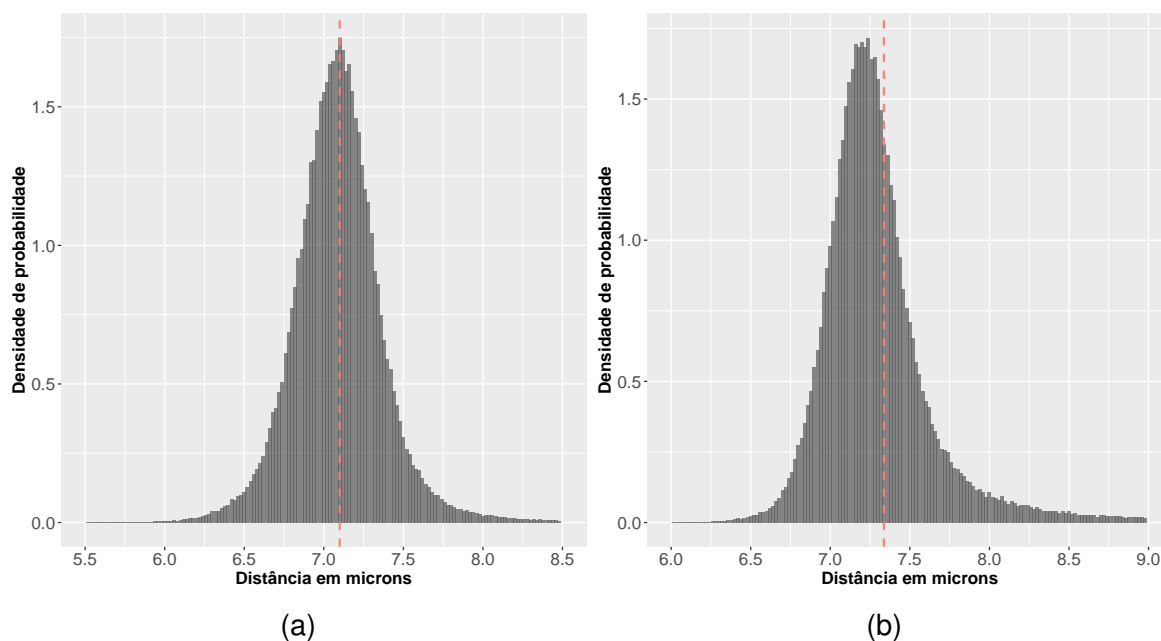


Figura 34 – Distribuição das distâncias dos 1^{os} (Esquerda) e 2^{os} (Direita) vizinhos mais próximos.

observação importante que pode ser inferida é que a variância desse descritor é inversamente proporcional à fração volumétrica, tanto para os 1^{os} vizinhos quanto para os 2^{os} vizinhos mais próximos, com R -quadrado de 0,09 e 0,2 respectivamente, ambos estatisticamente significantes com p -valor inferior a 1% para os coeficientes das regressões (Figuras 35c e 35d). Tal fato implica que a largura da função densidade de probabilidade dos 1^{os} vizinhos é um indicador de ordem e logicamente um arranjo periódico possui variância zero.

A magnitude das médias e variâncias calculadas em todas as microestruturas para as distâncias aos vizinhos mais próximos também de mais alta ordem são mostradas na Figura 36. Nota-se uma correlação positiva e um comportamento que cresce quase linearmente conforme se avança em um vizinho no cálculo do descritor.

Tais resultados obtidos para as microestruturas simuladas são consistentes com o observado experimentalmente para o compósito real, sugerindo que o algoritmo de simulação microestrutural reproduziu essas características relacionadas às distâncias aos vizinhos mais próximos.

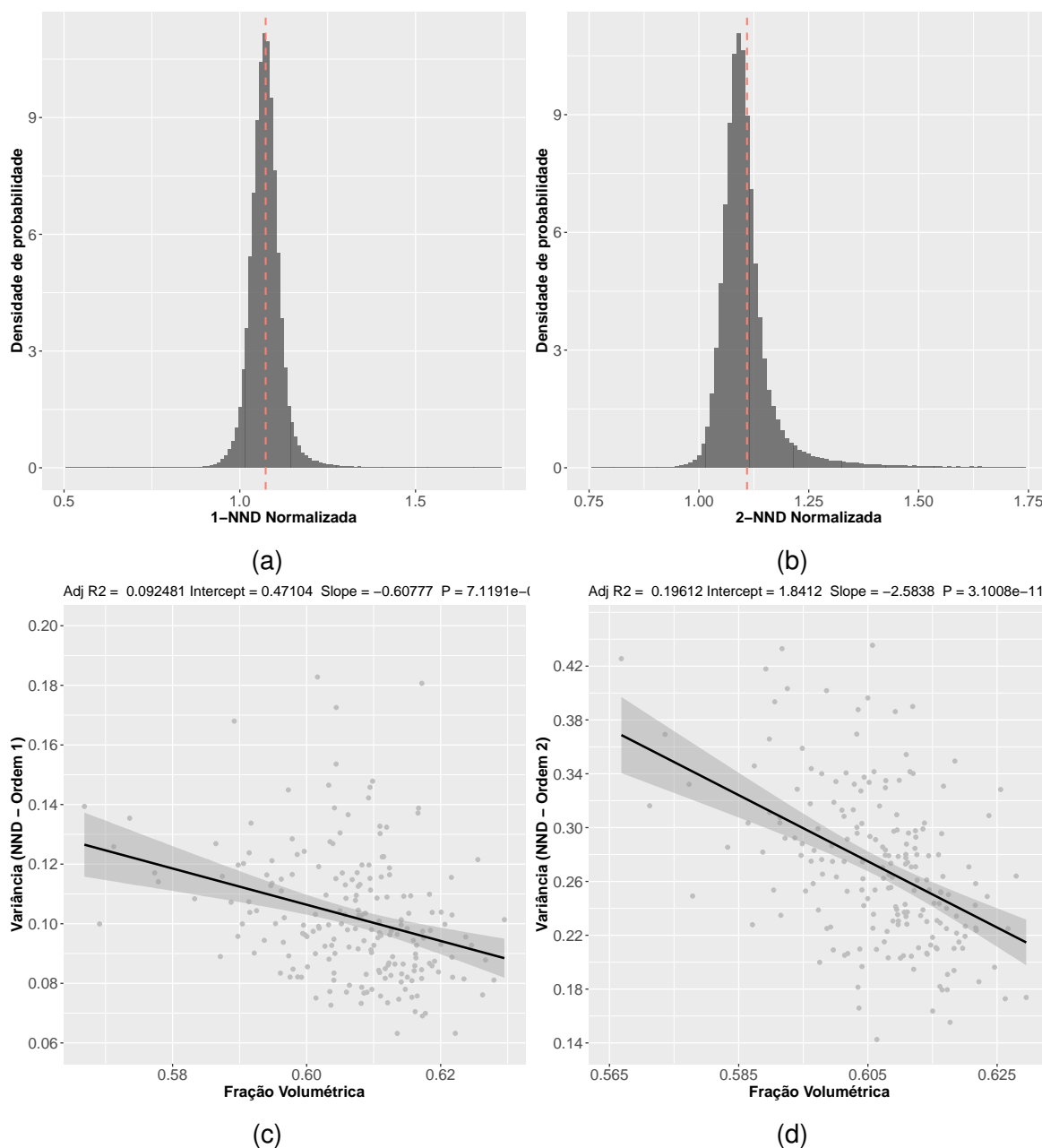


Figura 35 – Distâncias aos primeiros (a) e segundos (b) vizinhos mais próximos, normalizadas por duas vezes o raio médio das fibras. A linha tracejada representa o valor médio. Correlação negativa entre a fração volumétrica de fibra do compósito simulado e a variância na distância aos primeiros (c) e segundos (d) vizinhos mais próximos.

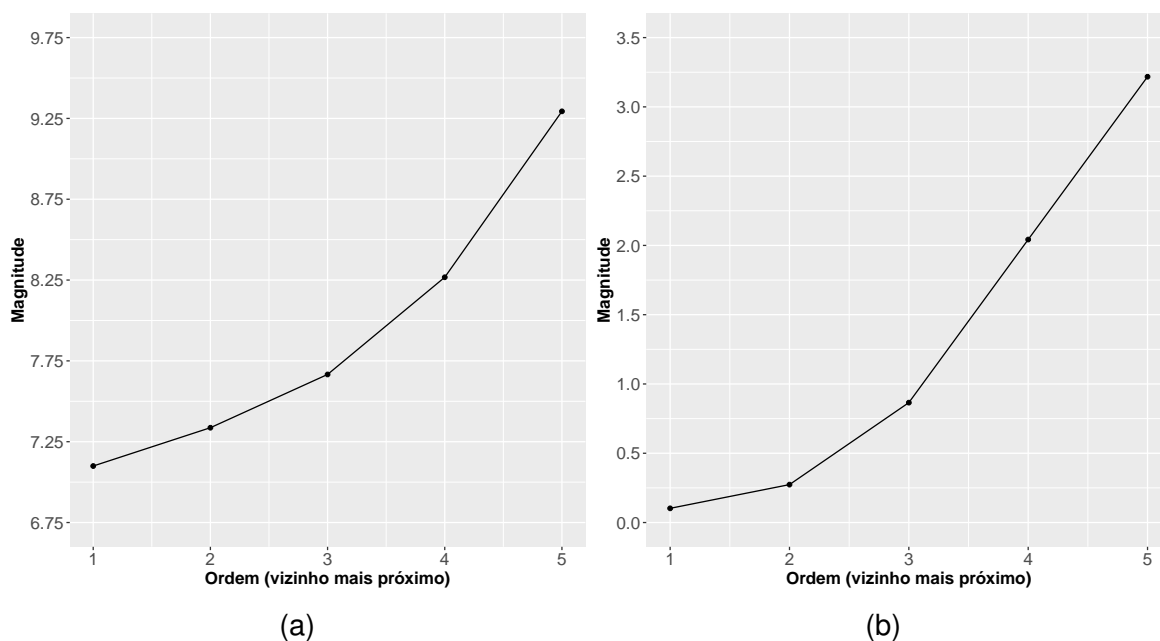


Figura 36 – Relação entre a média (a) e a variância (b) das distâncias, e o n-ésimo vizinho mais próximo.

5.3.1.3 Funções espaciais

As curvas para função $\hat{K}(r)$, calculadas a partir das microestruturas simuladas, são mostradas na Figura 37. Também foram plotadas as curvas dessa função calculada analiticamente para um padrão CSR, para fins de comparação e avaliação do grau de aleatoriedade da microestrutura.

De uma maneira geral, para várias distâncias a curva obtida para a função $\hat{K}(r)$ esteve acima da curva teórica para um padrão CSR, indicando que uma dada fibra possui mais vizinhos que o esperado se o padrão espacial do compósito fosse de completa aleatoriedade. Esse resultado indica certo grau de clusterização no agrupamento espacial das fibras para as microestruturas simuladas.

As curvas para a função $\hat{L}(r)$ são mostradas na Figura 38. Assim como para a função $\hat{K}(r)$, também foi plotada a curva dessa função calculada analiticamente para um padrão CSR. O mesmo padrão observado nas curvas para a função $\hat{K}(r)$ se repetiu nas curvas da função $\hat{L}(r)$; em geral as curvas se mantiveram próximas da curva teórica para um padrão aleatório, indicando para algumas distâncias certo grau de clusterização no agrupamento espacial das fibras para as microestruturas simuladas.

As curvas obtidas para a função $\hat{F}(r)$ são mostradas na Figura 39a. Nota-se que as curvas empíricas (linhas sólidas) encontraram-se acima da curva teórica avaliada para um padrão aleatório (linha preta tracejada), onde $\hat{F}(r) > F(r)$. Ou seja,

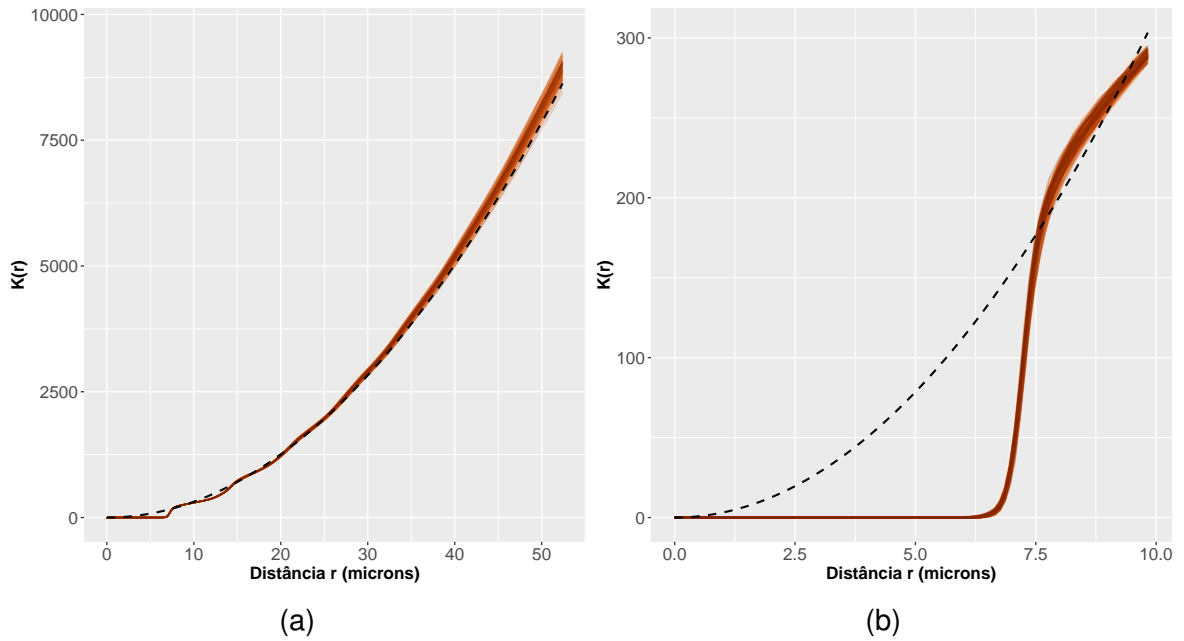


Figura 37 – Função $\hat{K}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

para uma dada distância r , a probabilidade estimada de $d(u, \mathbf{X}) \leq r$ é maior do que seria encontrado para um padrão CSR. Consequentemente, as distâncias do tipo *empty-space* são inferiores do que o esperado se o padrão fosse completamente aleatório. Tal observação é consistente com padrões de pontos regulares e também

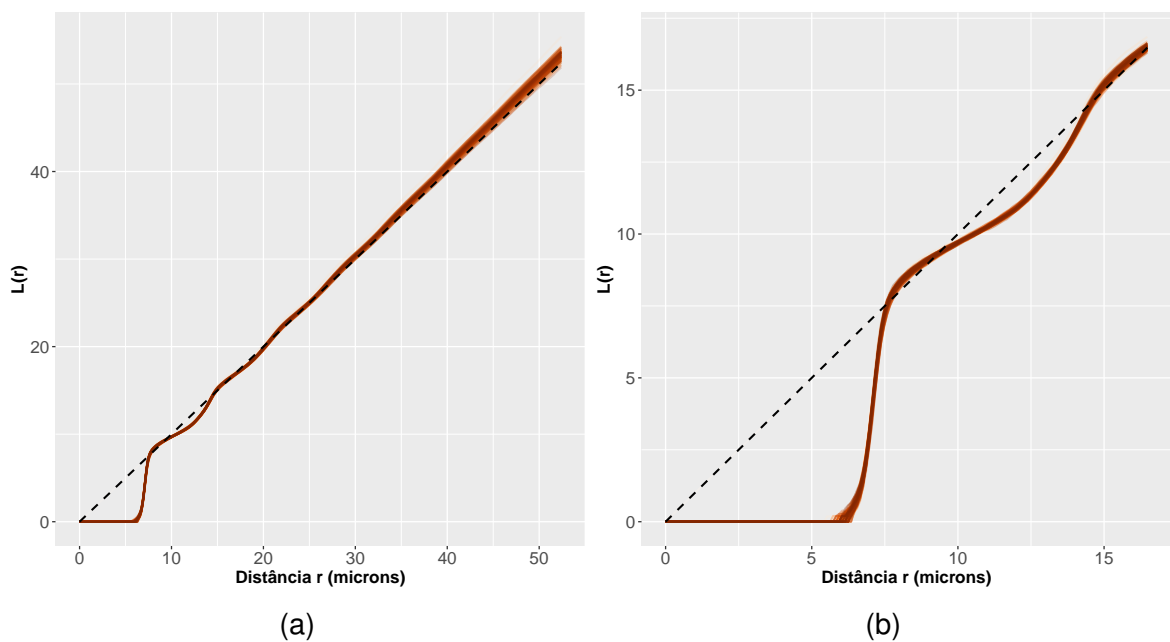


Figura 38 – Função $\hat{L}(r)$ avaliada para o compósito, com ampliação (b) da região inicial da função. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

consistente com o observado experimentalmente para o compósito real.

Figura 39b apresenta as curvas estimadas para a função *nearest-neighbour distance distribution*, $\hat{G}(r)$, para cada microestrutura simulada. A interpretação para eventuais desvios da curva teórica $G(r)$ é similar ao observado para a função $K(r)$, e o oposto da função $F(r)$. Nota-se que as curvas empíricas estimadas para a função *nearest-neighbour distance distribution* (linhas sólidas) encontram-se abaixo da curva teórica para um padrão completamente aleatório (linha preta tracejada), onde $\hat{G}(r) < G(r)$. As distâncias aos vizinhos mais próximos, encontradas para as fibras nas microestruturas simuladas, são superiores ao esperado para um padrão completamente aleatório com mesma intensidade média. Essa observação é consistente com padrões de pontos regulares e com o observado experimentalmente para compósito real. Outra característica que a análise dessas curvas permite observar é o fato da função $\hat{G}(r)$ ser zero para distâncias inferiores a aproximadamente $6 \mu\text{m}$, indicando a baixa ou nenhuma ocorrência de distâncias aos vizinhos mais próximos inferiores a $6 \mu\text{m}$. Tal observação é consistente com o histograma da distribuição das distâncias aos 1^{os} vizinhos mais próximos avaliada para as microestruturas simuladas (Figura 34a).

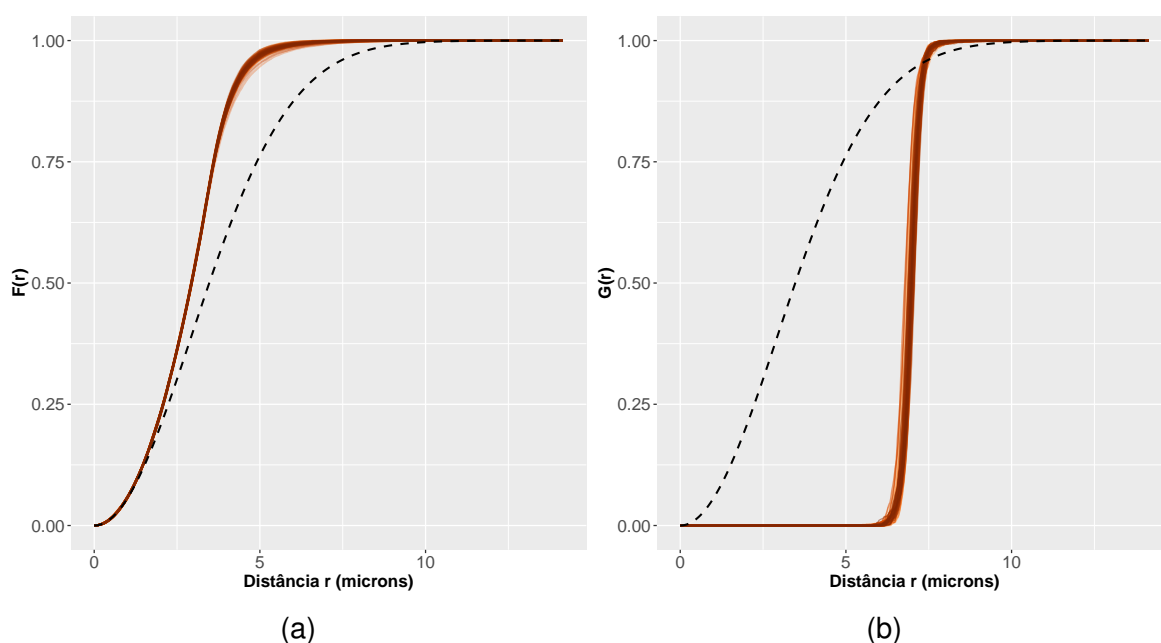


Figura 39 – Funções $\hat{F}(r)$ (Esquerda) e $\hat{G}(r)$ (Direita) avaliadas para as microestruturas simuladas. A curva tracejada em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

A função $g(r)$ avaliada para as microestruturas simuladas variou bastante com a distância, indicando presença de não-homogeneidade na densidade espacial das fibras, sobretudo olhando-se para as interações de curto alcance (Figura 40a). Para um padrão CSR, a função $g(r)$ assume sempre valor 1, indicando

que a distância entre um certo par de fibras pode assumir qualquer valor com igual probabilidade. A posição dos máximos e mínimos locais e globais são consistentes com o observado para essa função avaliada para o compósito real.

Por último, a função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo, para as microestruturas simuladas, é mostrada na Figura 40b. Observa-se pouco grau de anisotropia, o que permite afirmar que não há indicações de ângulos preferenciais no ordenamento microestrutural, o que também se verificou para as microestruturas do compósito real.

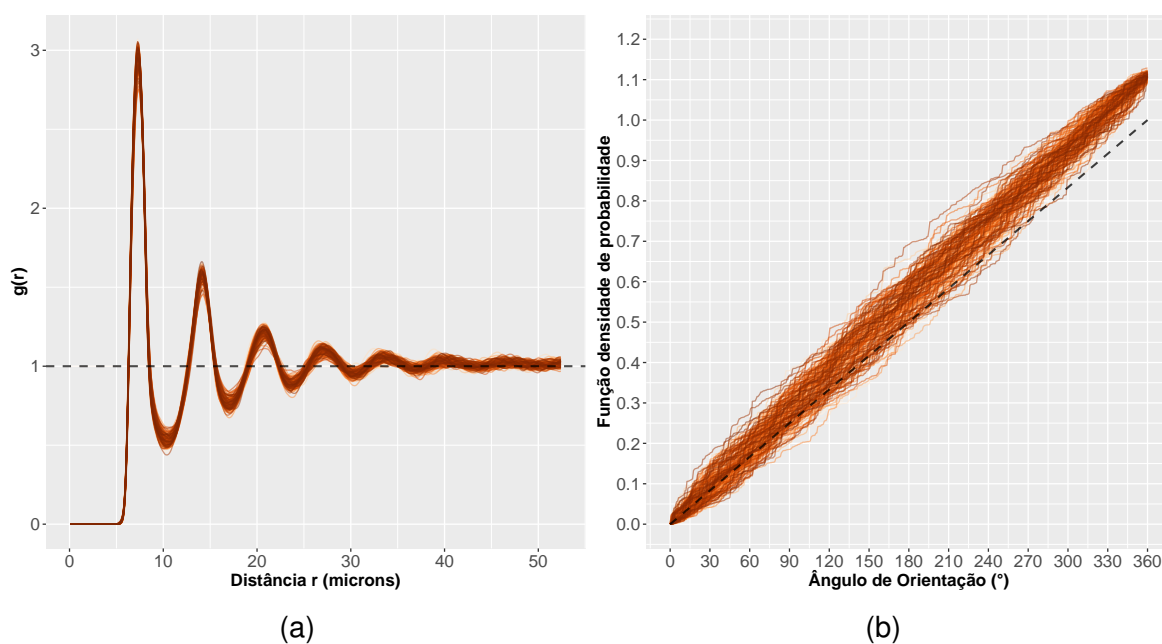


Figura 40 – Função distribuição radial $\hat{g}(r)$ (Esquerda) e função distribuição acumulada para a orientação ao vizinho mais próximo (Direita). As curvas tracejadas em preto é a função avaliada para um padrão CSR.

CONCLUSÃO

Foi proposta uma metodologia para caracterização espacial da microestrutura de um material compósito a partir do processamento de imagens. O algoritmo da transformada circular de Hough mostrou-se adequado para a detecção das fibras e reprodução não-viesada da microestrutura através de máscaras binárias. A determinação da fração volumétrica local de fibra pela técnica da razão entre áreas apresentou melhores resultados com relação ao *benchmark* (digestão ácida). Ambas as técnicas baseadas em imagem, no entanto, apresentaram como principal vantagem, o fato de proverem informações sobre a variação da fração volumétrica local de fibra ao longo da microestrutura do compósito, revelando o caráter heterogêneo do material, o que não se captura com a técnica de digestão ácida.

Através das distribuições das distâncias dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos foi possível quantificar experimentalmente o espaçamento médio entre fibras, que se encontrou na faixa entre 0,35-0,59 μm . A função intensidade de segunda ordem, $K(r)$ avaliada para o compósito, revelou que a microestrutura do material segue um padrão mais regular do que aleatório. Com relação à função distribuição radial, $G(r)$, o compósito apresentou não-homogeneidade na densidade espacial das fibras em interações de curto e médio alcance. A metodologia proposta para caracterização microestrutural do material revelaram características da distribuição espacial das fibras no compósito, podendo também ser estendida para caracterização de outros compósitos, além de poder ser utilizada em análise e simulação micromecânica.

Foi proposta ainda uma metodologia para simulação microestrutural de materiais compósitos unidirecionais. Os resultados obtidos sugerem que as microestruturas simuladas seguem as mesmas distribuições experimentais observadas para o compósito real.

REFERÊNCIAS

- BADDELEY, A.; GILL, R. Kaplan-meier estimators for interpoint distance distributions of spatial point processes. *Research Report BS-R9315, Centrum voor Wiskunde en Informatica*, 1993.
- BADDELEY, A.; RUBAK, E.; TURNER, R. *Spatial Point Patterns: Methodology and Applications with R*. London: Chapman and Hall/CRC Press, 2015.
- CANN, M. T.; ADAMS, D. O.; SCHNEIDER, C. L. Characterization of fiber volume fraction gradients in composite laminates. *Journal of Composite Materials*, v. 42, n. 5, p. 447–466, 2008.
- DUDA, R. O.; HART, P. E. Use of the hough transformation to detect lines and curves in pictures. *Comm. ACM*, v. 15, n. 1, p. 11–15, 1972.
- GAY, D. *Composite Materials Design and Applications*. Boca Raton, FL: Taylor and Francis Group/CRC Press, 2015.
- GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. *Digital image processing 2nd. ed.* Upper Saddle River, N.J.: Prentice Hall, 2002.
- HOJO, M. et al. Effect of fiber array irregularities on microscopic interfacial normal stress states of transversely loaded UD-CFRP from viewpoint of failure initiation. *Composites Science and Technology*, v. 69, p. 1726–1734, 2009.
- ILLIAN, J. et al. *Statistical Analysis and Modelling of Spatial Point Patterns*. Chichester: John Wiley and Sons, 2008.
- KIMME, C.; BALLARD, D.; SKLANSKY, J. Finding circles by an array of accumulators. *Comm. ACM*, v. 18, n. 2, p. 120–122, 1975.
- MALLICK, P. K. *Fiber-reinforced Composites Materials, Manufacturing, and Design*. Boca Raton, FL: Taylor and Francis Group/CRC Press, 2008.
- MARINUCCI, G. *Materiais Compósitos Poliméricos - Fundamentos e Tecnologia*. São Paulo, SP: Artliber Editora, 2011.
- MILES, R. E. The fundamental formula of blaschke in integral geometry and its iteration, for domains with fixed orientation. *Australian Journal of Statistics*, v. 16, n. 2, p. 111–118, 1974.
- PATHAN, M. V. et al. A new algorithm to generate representative volume elements of composites with cylindrical or spherical fillers. *Composites Part B*, v. 110, p. 267–278, 2017.
- PYRZ, R. Correlation of microstructure variability and local stress-field in 2-phase materials. *Materials Science and Engineering A*, v. 177, p. 253–259, 1994.
- PYRZ, R. Quantitative description of the microstructure of composites part 1: morphology of unidirectional composite systems. *Composites Science and Technology*, v. 50, p. 197–208, 1994.

- RIPLEY, B. D. Modelling spatial patterns (with discussion). *Journal of the Royal Statistical Society, Series B*, v. 39, p. 172–212, 1977.
- RIPLEY, B. D. *Statistical Inference for Spatial Processes*. [S.l.]: Cambridge University Press, 1988.
- STOYAN, D.; KENDALL, W. S.; MECKE, J. *Stochastic Geometry and its Applications*. Chichester: John Wiley and Sons, 1987.
- STOYAN, D.; STOYAN, H. *Fractals, Random Shapes and Point Fields*. Chichester: John Wiley and Sons, 1995.
- TRIAS, D. et al. Quality control of CFRP by means of digital image processing and statistical point pattern analysis. *Composites Science and Technology*, v. 67, p. 2438–2446, 2007.
- VAUGHAN, T. J.; MCCARTHY, C. T. A combined experimental–numerical approach for generating statistically equivalent fibre distributions for high strength laminated composite materials. *Composites Science and Technology*, v. 70, p. 291–297, 2010.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.
