

CARACTERIZAÇÃO ESPACIAL E DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA LOCAL DE FIBRA EM COMPÓSITOS COM USO DE PROCESSAMENTO DE IMAGENS E DESCRITORES ESTATÍSTICOS

V. A. Mancini, G. Marinucci, C. Riul, E. Sato Jr., R. N. de Mesquita

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN–CNEN/SP

Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária – CEP 05508-000
São Paulo – SP – Brasil

victor.mancini@usp.br

RESUMO

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 o fato 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-chave: Descritores estatísticos, Processamento de Imagens, Compósitos, Microscopia Óptica, Fração Volumétrica.

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 ⁽¹⁾. As propriedades mecânicas desses compósitos são prioritariamente influenciadas pelos teores 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 ^(1, 2, 3).

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 ^(1, 2, 3). 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 ^(2, 3).

Para a quantificação automática da fração volumétrica de fibra, Cann et. al. ⁽²⁾ 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 ^(3, 4, 5, 6), com o objetivo de estudar e quantificar a aleatoriedade em microestruturas observadas experimentalmente. Isso porque, convencionalmente, a análise micromecânica de materiais compósitos parte da presunção que o arranjo espacial das fibras no material é periódico, o que não se observa na prática.

Pyrz ⁽⁵⁾ 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 ⁽⁶⁾. 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) ^(5, 6).

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, foi utilizado o algoritmo da transformada circular de Hough (CHT) para detecção das fibras e geração das máscaras binárias (MBM), com as quais se determinou a fração volumétrica local de fibra. A partir das coordenadas de centro de cada fibra foram determinadas as métricas de estatística espacial com uso de diversos descritores estatísticos. Foram obtidas as distribuições dos 1^{os} e 2^{os} vizinhos mais próximos, as funções intensidade de segunda ordem e distribuição radial para o compósito.

MATERIAIS E MÉTODOS

Imagens digitais da seção transversal de um material compósito unidirecional fibra de carbono e matriz de resina epoxídica foram adquiridas em um microscópio óptico *Zeiss* modelo M2m, pela técnica de campo claro, com aumento de 320x. As amostras foram fabricadas pelo processo de enrolamento filamental (*filament winding*), que consiste no embobinamento de fibra embebida em resina epóxi na geometria do molde com velocidade controlada por motores de passo.

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, como mostrada na Figura 1.

PROCESSAMENTO DE IMAGENS E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA

Para detecção das fibras e geração das máscaras binárias da microestrutura foi utilizado o algoritmo da transformada circular de Hough, implementado através do pacote *Image Processing Toolbox*TM no software *MATLAB*[®]. Essa técnica tem como

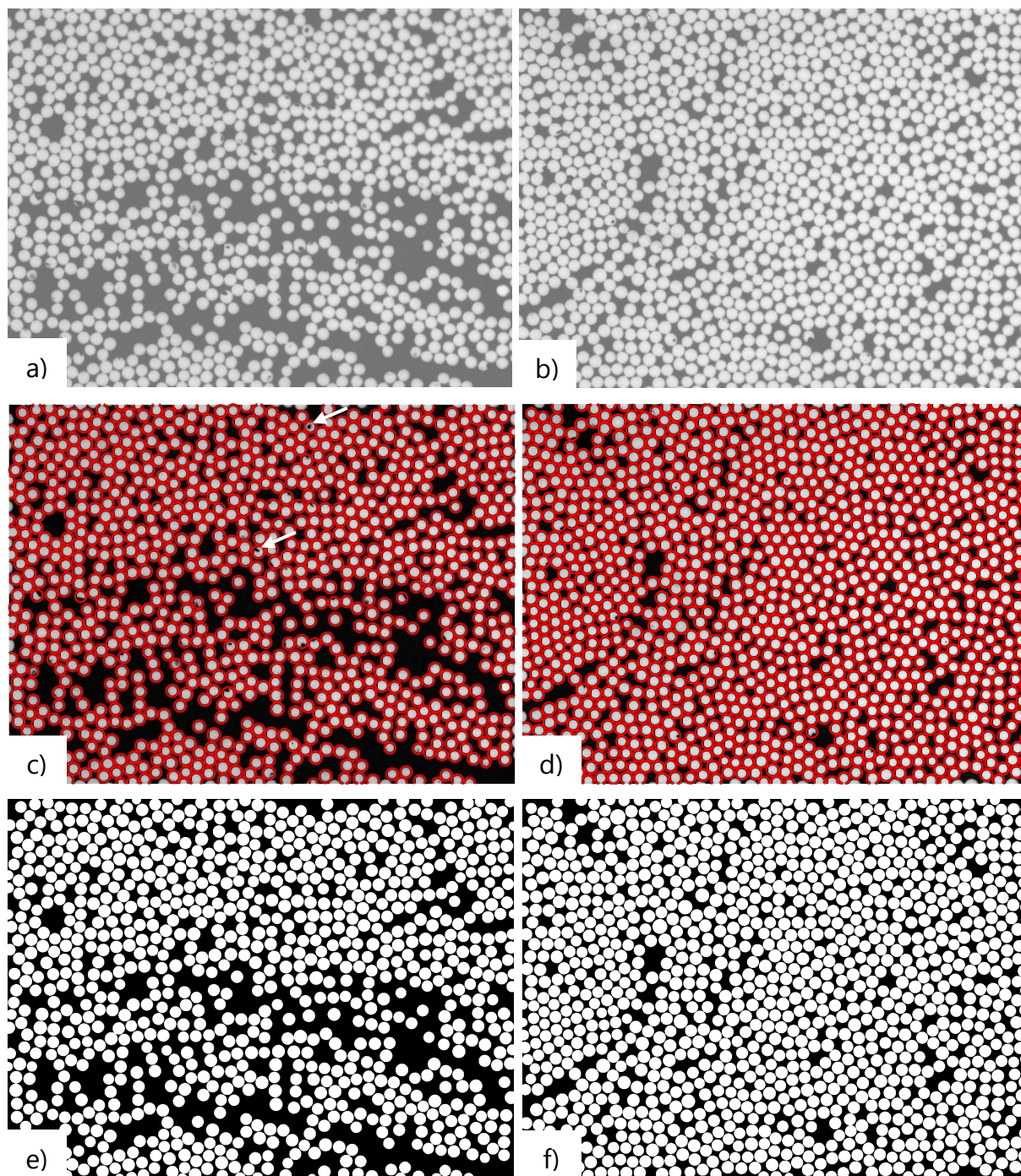


Figura 1. a) e b) Micrografias do compósito (microscopia óptica, aumento 320x). c) e d) As fibras circulares em vermelho foram detectadas pelo algoritmo CHT. As setas indicam defeitos da preparação de amostra. e) e f) Máscaras binárias geradas a partir das coordenadas de centro e raio de cada fibra detectada nas imagens a) e b).

princípio básico obter, a partir dos pontos de borda de uma imagem binária, um pequeno subconjunto de pontos selecionados randomicamente, a partir dos quais se fará o mapeamento para o novo espaço de parametrização da curva procurada. Máscaras binárias foram geradas com objetivo de reproduzir as microestruturas observadas experimentalmente, de modo a atenuar possíveis defeitos oriundos da

etapa de preparação da amostra ou de aquisição das imagens. A fração volumétrica local de fibra foi calculada de maneira similar ao proposto em ⁽²⁾, 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:

$$A = \begin{bmatrix} a_{11} & \cdots & a_{1L} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ a_{H1} & \cdots & a_{HL} \end{bmatrix}$$

Seja a função g assim definida:

$$g(i, j) = a_{ij} \quad (A)$$

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 g 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 $S = L \times H$:

$$FV_{BMM}^{(CPU)} = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^H \sum_{j=1}^L g(i, j) \quad (B)$$

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 $r = \{r_1, r_2, r_3, \dots, r_i\}$ 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:

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

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

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

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 ⁽¹⁾.

CARACTERIZAÇÃO ESPACIAL

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 ^(7, 8) tendo em vista a caracterização do padrão espacial de pontos, e estes podem ser aplicados ao arranjo microestrutural presente nos materiais compósitos.

- *Distância dos vizinhos mais próximos*

As funções de distribuição dos vizinhos mais próximos detalham as interações de curto alcance entre as fibras, avaliando-se para isso a distância entre cada fibra e seu enésimo vizinho mais próximo, em geral primeiros e segundos vizinhos. Esse espaçamento mínimo entre fibras foi estudado por Hojo et al. ⁽⁹⁾, que observou exercer um efeito significativo nas tensões desenvolvidas na interface fibra/matriz sob certas condições de carregamento, afetando as propriedades de falha do compósito.

- *Função intensidade de segunda ordem*

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 ^(7, 8),

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

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 ^(7, 8).

Os resultados obtidos foram comparados à função $K(r)$ avaliada para um padrão CSR, calculada analiticamente pela equação ⁽⁷⁾,

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

- *Função distribuição radial*

A função distribuição radial, também reportada como função correlação de pares, descreve como a densidade espacial média de fibras varia em função da distância do centro de uma determinada fibra ^(7, 8). Diferentemente da função $K(r)$, é calculada pela contribuição apenas das distâncias entre pontos iguais a r . Pode ser matematicamente definida como ⁽⁷⁾,

$$G(r) = \frac{1}{N_a(2\pi r)} \frac{dK(r)}{dr} \quad (G)$$

Para definir $G(r)$, desenha-se dois círculos concêntricos de raios r e $r + dr$, onde dr é um pequeno incremento de distância, contando-se em seguida apenas os pontos situados dentre os dois círculos, como mostrado na Figura 2 ⁽⁷⁾.

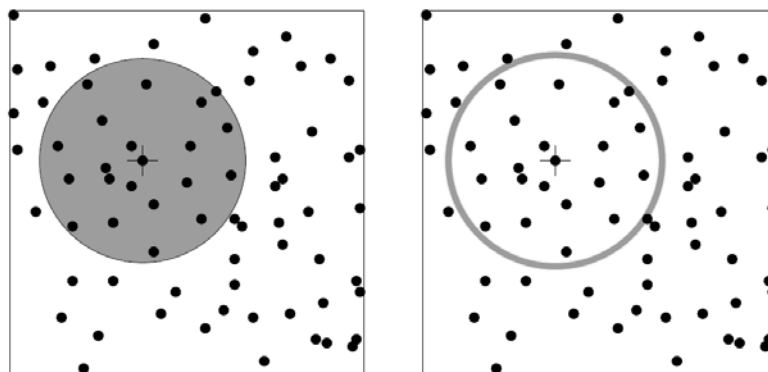


Figura 2. Geometria da função $K(r)$ (à esquerda) e da função $G(r)$ (à direita) ⁽⁷⁾.

Toda análise espacial descrita foi realizada em linguagem estatística R, através do pacote *spatstat*, desenvolvido especificamente para análise de padrão espacial de pontos e disponibilizado gratuitamente ⁽⁷⁾.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O algoritmo CHT mostrou-se apropriado à detecção das fibras nas imagens micrográficas, como ilustrado na Figura 1. Isso se justifica pelo caráter circular das fibras, ou seja, quanto mais circular a geometria da fibra, mais precisa foi a estimativa de seus atributos coordenadas de centro e raio. Com a reprodução das microestruturas através de MBM foi possível corrigir defeitos originados da preparação das amostras, eliminando possíveis vieses na caracterização microestrutural do compósito. A distribuição dos raios estimados pelo algoritmo CHT para todas as fibras detectadas nas imagens é apresentada na Figura 3. O raio médio foi de aproximadamente 3,31 μm , próximo ao informado pelo fabricante (3,5 μm), com desvio padrão de 0,17 μm .

A fração volumétrica local de fibra calculada pelas técnicas RA e CPU é mostrada no *boxplot* da Figura 3. Também foi plotado um *boxplot* para os resultados obtidos com a técnica de digestão ácida, utilizada como *benchmark*. 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 1,6%. No 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, enquanto a técnica de digestão química mostrou-se pouco sensível a detectar essa característica.

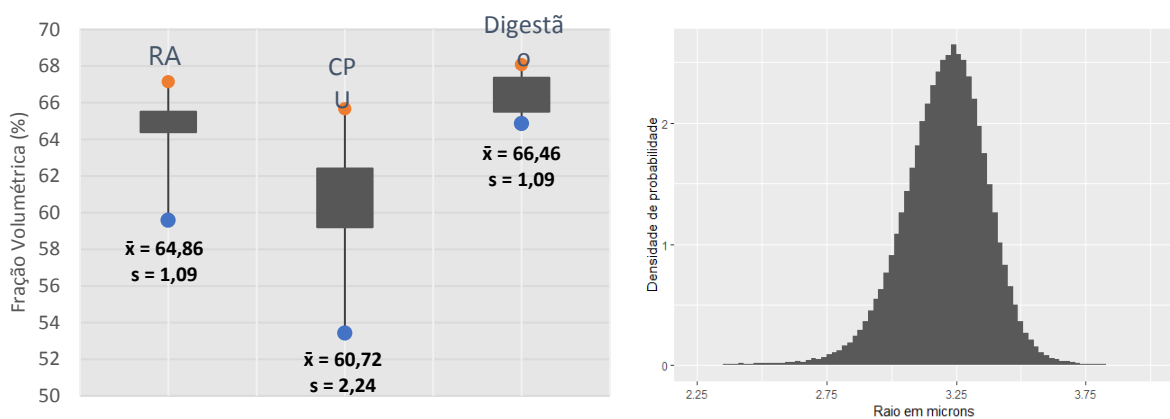


Figura 3. *Boxplots*, média e desvio padrão das frações volumétricas para as técnicas RA, CPU e digestão ácida (à esquerda). Distribuição dos raios das fibras detectadas pelo algoritmo CHT (à direita).

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 técnica RA.

Na Figura 4 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 .

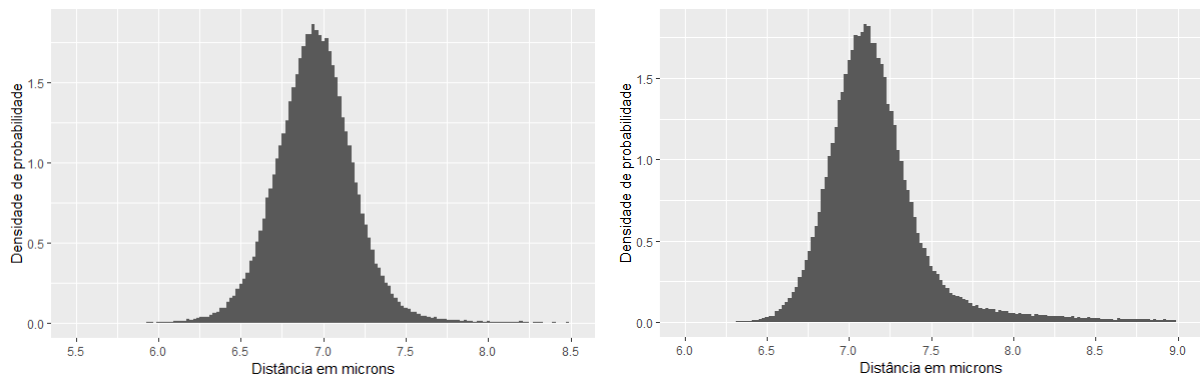


Figura 4. Distribuição das distâncias dos 1^{os} (à esquerda) e 2^{os} (à direita) vizinhos mais próximos.

As curvas das funções $K(r)$ e $G(r)$ médias, calculadas a partir das imagens analisadas, são mostradas na Figura 5. Também foram plotadas as curvas dessas funções calculadas analiticamente para um padrão CSR, para fins de comparação e avaliação do grau de aleatoriedade da microestrutura. A função $K(r)$ do compósito não identificou nenhuma interação a distâncias inferiores a aproximadamente 6,6 μm , 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 μm , a curva da função $K(r)$ 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 $K(r)$ do compósito esteve acima da curva de um padrão CSR). A partir da distância de 8,5 μm , no entanto, a curva da função $K(r)$ 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 $K(r)$ do compósito esteve abaixo da curva teórica para um padrão CSR, indicando que uma dada fibra possui menos vizinhos que o esperado se o padrão espacial do compósito fosse de completa aleatoriedade.

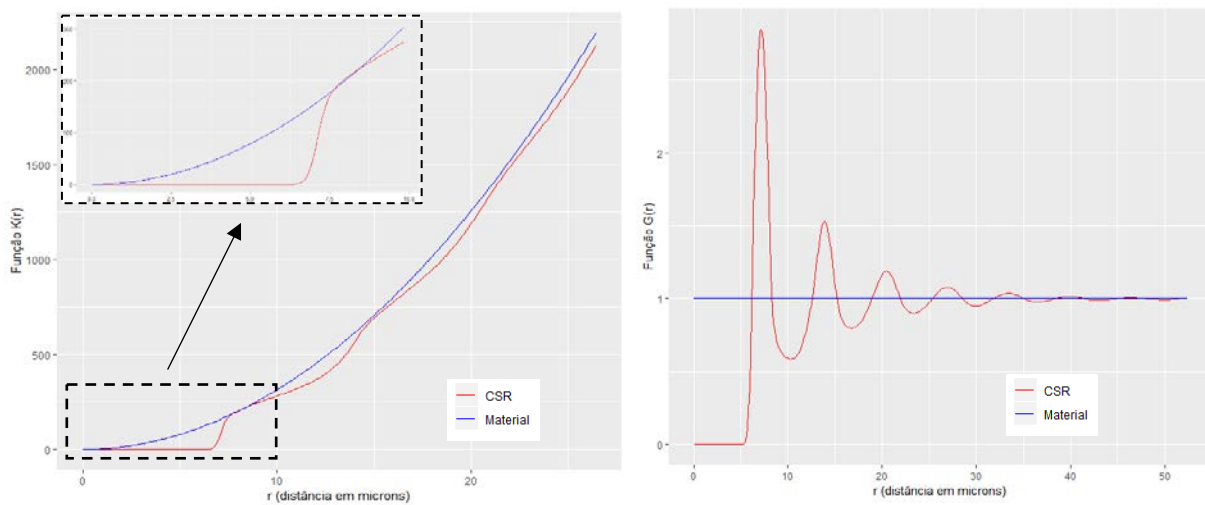


Figura 5. Funções intensidade de segunda ordem $K(r)$ (à esquerda), e função distribuição radial $G(r)$ (à direita), avaliadas para o material compósito e para um padrão CSR.

A função $G(r)$ média avaliada para o compósito variou bastante com a distância, indicando não-homogeneidade na densidade espacial das fibras, sobretudo olhando-se para as interações de curto alcance. 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 μm , a partir da qual a função cresce, atingindo um máximo global à distância de 7,16 μm . De fato, $G(r)$ é zero para $r \leq 6,14$, 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 μm , 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.

CONCLUSÃO

Foi proposta uma metodologia para caracterização espacial da microestrutura de um material compósito a partir do processamento de imagens. De fato, 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.

REFERÊNCIAS

- [1] MARINUCCI, G. Materiais Compósitos Poliméricos - Fundamentos e Tecnologia. Artliber Editora, São Paulo, SP, 2011.
- [2] 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.
- [3] TRIAS, D., GARCÍA, R., COSTA, J., BLANCO, N., HURTADO, J. E., Quality control of CFRP by means of digital image processing and statistical point pattern analysis. *Composites Science and Technology*, v. 67, pp. 2438-2446, 2007.
- [4] 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.

- [5] PYRZ, R. Correlation of microstructure variability and local stress-field in 2-phase materials. *Materials Science and Engineering A*, v. 177, pp. 253-259, 1994.
- [6] PYRZ, R. Quantitative description of the microstructure of composites part 1: morphology of unidirectional composite systems. *Composites Science and Technology*, v. 50, pp. 197-208, 1994.
- [7] BADDELEY, A., RUBAK, E., TURNER, R. *Spatial Point Patterns: Methodology and Applications with R*. Chapman and Hall/CRC Press, London, 2015.
- [8] LIU, C. K., GHOSHAL, A. Validity of random microstructures simulation in fiber-reinforced composite materials. *Composites: Part B*, v. 57, pp. 56-70, 2014.
- [9] HOJO, M., MIZUNO, M., HOBBIEBRUNKEN, T., ADACHI, T., TANAKA, M., HA, S.K. 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, pp. 1726-1734, 2009.

SPATIAL AND LOCAL FIBER VOLUME FRACTION CHARACTERIZATION OF COMPOSITE MATERIAL BASED ON IMAGE PROCESSING AND STATISTICAL DESCRIPTORS

ABSTRACT

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, 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: Statistical Descriptors, Image Processing, Composites, Optical Microscopy, Volume Fraction.