

Edison Luiz Bonotto

**Desenvolvimento de Algoritmos e Ferramentas
Computacionais para Suporte na Caracterização
Microestrutural de Materiais através de
Imagens de Microscopia Eletrônica**

João Pessoa, Brasil

2021, v-1.14

Edison Luiz Bonotto

**Desenvolvimento de Algoritmos e Ferramentas
Computacionais para Suporte na Caracterização
Microestrutural de Materiais através de Imagens de
Microscopia Eletrônica**

Tese de Doutorado submetida à banca de
Corpo Docente selecionada pelo Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de
Materiais do Centro de Tecnologia da Univer-
sidade Federal da Paraíba. Área de Concen-
tração: Desenvolvimento e Propriedades de
Materiais.

D.Sc. Marçal Rosas Florentino Lima Filho

Universidade Federal da Paraíba – UFPB

Centro de Tecnologia

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

João Pessoa, Brasil

2021, v-1.14

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

B719d Bonotto, Edison Luiz.

Desenvolvimento de algoritmos e ferramentas computacionais para suporte na caracterização microestrutural de materiais através de imagens de microscopia eletrônica / Edison Luiz Bonotto. - João Pessoa, 2021.

98 f. : il.

Orientação: Marçal Rosas Florentino Lima Filho.
Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Engenharia de materiais. 2. Processamento de imagens. 3. Meta-heurísticas. 4. Análise de textura. 5. Clusterização. 6. Microscopia eletrônica de varredura. 7. Microestruturas de materiais. I. Lima Filho, Marçal Rosas Florentino. II. Título.

UFPB/BC

CDU 620.1(043)



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Ata da defesa de Tese de Doutorado apresentada pelo aluno EDISON LUIZ BONOTTO, no dia 10 de agosto de 2021.

Às nove horas do 10 de agosto de 2021, em ambiente remoto específico (link <https://meet.google.com/asz-pbyr-fjz>), em virtude da impossibilidade de reunião presencial por ocasião da pandemia do COVID-19, reuniram-se os membros da banca examinadora composta pelos Professores: Prof. Dr. MARCAL ROSAS F LIMA FILHO - UFPB/PPCEM (Presidente, Orientador), Prof^a. Dr^a. RENATE MARIA RAMOS WELLEN (Examinadora Interna), Prof. Dr. LUCIDIO DOS ANJOS FORMIGA CABRAL - UFPB/PPCEM (Examinador Externo ao Programa), Prof. Dr. SANDRO MARDEN TORRES - UFPB/PPCEM (Examinador externo ao Programa), Prof. Dr. YURI LAIO TEIXEIRA VERAS SILVA (Examinador externo à Instituição), a fim de avaliarem a Tese de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, com título "Desenvolvimento de Algoritmos e Ferramentas Computacionais para Suporte na Caracterização Microestrutural de Materiais através de Imagens de Microscopia Eletrônica" de autoria do aluno EDISON LUIZ BONOTTO, matrícula 20171013630. A reunião foi aberta pelo Presidente da banca, que deu início aos trabalhos autorizando o candidato a iniciar sua apresentação. Concluídos os trabalhos de apresentação e de arguição, a Comissão Examinadora emitiu o seguinte parecer:

A defesa do trabalho de Doutorado transcorreu conforme o planejado, tendo o discente apresentado o trabalho de maneira adequada quanto a conteúdo e duração (em aproximadamente 50 min). Após a apresentação e arguição, a banca examinadora considerou o discente APROVADO. Ficou a recomendação para incorporação das sugestões da banca examinadora.
--

O aluno é obrigado a realizar as sugestões da banca. Para constar, foi lavrada a presente ata, que vai assinada pelos membros da Comissão Examinadora além do referido discente que apresentou a defesa de seu doutorado.

Prof. Dr. MARCAL ROSAS F LIMA FILHO - UFPB/PPCEM
(Presidente, Orientador)

Prof^a. Dr^a. RENATE MARIA RAMOS WELLEN
(Examinadora Interna)

Prof. Dr. LUCIDIO DOS ANJOS FORMIGA CABRAL - UFPB/PPCEM
(Examinador Externo ao Programa)

Prof. Dr. SANDRO MARDEN TORRES - UFPB/PPCEM
(Examinador externo ao Programa)


Prof. Dr. YURI LAIO TEIXEIRA VERAS SILVA
(Examinador externo à Instituição)

 Assinado Digitalmente por:
EDISON LUIZ BONOTTO
CPF/CNPJ: 48214981034 Assinado em: 10/08/2021

Sua autenticidade pode ser confirmada no endereço:
<<http://www.serpro.gov.br/assinador-digital>>

EDISON LUIZ BONOTTO
(Discente)

Emitido em 10/08/2021

ATA Nº 01/2021 - PPCEM (11.01.17.35)
(Nº do Documento: 1)

(Nº do Protocolo: NÃO PROTOCOLADO)

(Assinado digitalmente em 10/08/2021 15:12)
LUCIDIO DOS ANJOS FORMIGA CABRAL
DIRETOR
1175878

(Assinado digitalmente em 12/08/2021 10:09)
SANDRO MARDEN TORRES
PROFESSOR TITULAR-LIVRE MAG SUPERIOR
3581068

(Assinado digitalmente em 10/08/2021 14:55)
MARCAL ROSAS F LIMA FILHO
PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
1160815

(Assinado digitalmente em 10/08/2021 16:35)
RENATE MARIA RAMOS WELLEN
PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
1666290

Para verificar a autenticidade deste documento entre em <https://sipac.ufpb.br/documentos/> informando seu número: **1**,
ano: **2021**, documento (espécie): **ATA**, data de emissão: **10/08/2021** e o código de verificação: **802b51f70d**

RESUMO

O desenvolvimento de materiais funcionais com propriedades específicas depende intrinsecamente de características microestruturais. Especialmente com o aumento na produção de materiais que utilizam nanotecnologia, onde efeitos de interface, de distribuição e de composição de fases nas propriedades são marcantes, a análise precisa e rápida de materiais em escala microscópica passa a ser imperativa no processo de desenvolvimento. Nesse sentido, a análise de imagens microscópicas necessita de métodos que incorporem ferramentas computacionais que minimizem interpretações subjetivas devido à complexidade das imagens e, ao mesmo tempo, pelo elevado número de dados gerados. Apesar de haver vários programas computacionais disponíveis para análise de imagens, existem nuances da análise microestrutural que se conectam profundamente com a natureza dos materiais, de forma que a resposta da análise da imagem pode incorporar informações de natureza química, como por exemplo a composição da fase. De fato, considerando o alcance da revisão da literatura desse trabalho, nenhum programa computacional aborda, de forma automática, as nuances químicas referidas a priori. A tese defendida nesse trabalho é de que é possível obter análises automáticas quantitativas em materiais policristalinos a partir de imagens de microscopia eletrônica de varredura em modo retroespalhado. Portanto, desenvolveu-se uma ferramenta computacional capaz de determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes bem como suas composições. Para tanto, foi desenvolvido um algoritmo que estima o tom de cinza médio de uma fase baseado no coeficiente de elétrons retransmitidos e incorporado um método de clusterização, utilizando-se da rotina de otimização *K-Means*. Também foram incorporados dois algoritmos indicadores de dispersão de partículas, baseados em entropia e coocorrência. A validação da rotina foi obtida a partir de imagens simuladas (*benchmarks*) com as quais verificou-se a recuperação dos valores impostos às imagens e outros parâmetros de eficiência do processo automático da análise. Com a validação, o programa foi aplicado à análise da distribuição de fases em rochas policristalinas e em imagens de fases presentes em uma *amostra gabarito*, onde sua composição química é conhecida a priori. O algoritmo implementado para a identificação do nível de cinza das fases mostrou-se eficiente e robusto, estimando com boa precisão o tom médio esperado para cada fase das amostras. O método de clusterização utilizando a rotina de otimização *ZK-Means* apresentou ótima segmentação, recuperando os valores impostos às imagens simuladas no processo de análise. Os algoritmos indicadores de dispersão de partículas geraram gráficos 2D e 3D, os quais poderão ser utilizados para observar a relação destes com as propriedades dos materiais. As ferramentas mostraram-se promissoras, tendo sido possível verificar suas eficácias na determinação das fases e suas distribuições.

Palavras-chave: Processamento de Imagens, Clusterização, Microestruturas de Materiais, Microscopia Eletrônica de Varredura, Análise de Textura, Meta-heurísticas.

ABSTRACT

The development of functional materials with specific properties is intrinsically dependent on microstructural characteristics. Especially with the increase in the production of materials that use nanotechnology, where the effects of interface, distribution and phase composition on properties are striking, the precise and fast analysis of materials on a microscopic scale becomes imperative in the development process. In this sense, the analysis of microscopic images requires methods that incorporate computational tools that minimize subjective interpretations due to the complexity of the images and, at the same time, the high number of data generated. Although there are several computer programs available for image analysis, there are subtlety of microstructural analysis that are deeply connected with the nature of the materials, so that the image analysis response can incorporate chemical information, such as phase composition. . In fact, considering the scope of the literature review of this work, no computer program automatically addresses the chemical nuances referred to a priori. The thesis defended in this work is that it is possible to obtain automatic quantitative analyzes in polycrystalline materials from scanning electron microscopy images in backscattered mode. Therefore, a computational tool capable of quantitatively determining the degree of dispersion of the constituent phases as well as their compositions was developed. Therefore, an algorithm was developed that estimates the average gray tone of a phase based on the coefficient of retransmitted electrons and incorporated a clustering method using the *K-Means* optimization routine. Two particle scattering indicator algorithms based on entropy and co-occurrence were also incorporated. The validation of the routine was obtained from simulated images (benchmarks) with which the recovery of the values imposed on the images and other efficiency parameters of the automatic analysis process was verified. With the validation, the program was applied to the analysis of the phase distribution in polycrystalline rocks and in phase images present in a *template sample*, where its chemical composition is known a priori. The implemented algorithm for the identification of the gray level of the phases proved to be efficient and robust, estimating with good precision the expected average tone for each phase of the samples. The clustering method using the *ZK-Means* optimization routine presented excellent segmentation, recovering the values imposed on the simulated images in the analysis process. Particle dispersion indicator algorithms generated 2D and 3D graphics, which can be used to observe their relationship with material properties. The tools proved to be promising, and it was possible to verify their effectiveness in determining the phases and their distributions.

Keywords: Image Processing, Clustering, Materials Microstructures, Scanning Electron Microscopy, Texture Analysis, Meta-heuristics.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diagrama da pesquisa.	20
Figura 2 – Fases do processamento digital de imagens.	21
Figura 3 – Exemplos de <i>Flip</i> horizontal e vertical	24
Figura 4 – Exemplos de interpolação bilinear.	24
Figura 5 – Representação de uma imagem através de conjuntos.	28
Figura 6 – Representação da operação de erosão.	29
Figura 7 – Representação da operação de dilatação.	29
Figura 8 – Representação gráfica do algoritmo <i>K-means</i>	32
Figura 9 – Representação da imagem como um grafo.	33
Figura 10 – Ângulos para o cálculo na matriz de coocorrência.	36
Figura 11 – Construção da matriz de coocorrência.	36
Figura 12 – Modelo simplificado de um <i>perceptron</i> de camada simples.	37
Figura 13 – Esquema de um <i>perceptron</i> de camada simples.	38
Figura 14 – Esquema de um <i>perceptron</i> de camadas múltiplas.	38
Figura 15 – Desenho esquemático dos componentes básicos do <i>MEV</i>	40
Figura 16 – Representação gráfica da Lei de Bragg na difração de raios <i>X</i>	44
Figura 17 – Microestrutura de uma rocha utilizada como agregado do concreto.	46
Figura 18 – Fases da preparação das mostras.	59
Figura 19 – Disposição dos compostos na amostra gabarito.	60
Figura 20 – Calibração do sistema.	63
Figura 21 – Fases do algoritmo de segmentação.	67
Figura 22 – Visão da divisão por quadrantes.	70
Figura 23 – Tela do programa gerador de <i>benchmark</i>	73
Figura 24 – Imagem <i>benchmark</i> e seu histograma.	74
Figura 25 – Recorte das fases da imagem com brilho = 92%.	76
Figura 26 – Imagens do gabarito contendo cinco fases.	77
Figura 27 – Resultado da segmentação através do <i>ZK-Means</i>	80
Figura 28 – Entropia das fases em imagem simulada.	82
Figura 29 – Imagem de <i>benchmark</i>	83
Figura 30 – Visualização 2D da matriz de coocorrência.	84
Figura 31 – Visualização 3D da matriz de coocorrência.	84
Figura 32 – Imagem original da rocha.	85
Figura 33 – Imagens segmentadas através do algoritmo. <i>ZK-Means</i>	86
Figura 34 – Imagens geradas através da segmentação.	87
Figura 35 – Segmentação de imagens de rochas (agregados do concreto).	87

Figura 36 – Visualização 2D da matriz de coocorrência.	88
Figura 37 – Visualização 3D da matriz de coocorrência.	89
Figura 38 – Matriz de Coocorrência - Representação em 2D e 3D.	89
Figura 39 – Imagens das rochas.	90
Figura 40 – Entropia dos segmentos A.	90
Figura 41 – Segmentos (fases) da rocha AB-39-13.	91
Figura 42 – Entropia dos segmentos por quadrantes.	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Área de ampliação na amostra.	41
Tabela 2 – Principais abordagens da literatura sobre os agregados do concreto. . .	52
Tabela 3 – Principais abordagens da literatura sobre microscopia eletrônica de varredura e difração de raio X.	53
Tabela 4 – Principais abordagens da literatura sobre processamento digital de imagens.	56
Tabela 5 – Principais abordagens da literatura sobre reconhecimento de padrões. .	57
Tabela 6 – Composição das fases do gabarito padrão.	60
Tabela 7 – Características das imagens obtidas no MEV.	61
Tabela 8 – Características das fases simuladas das imagens <i>benchmark</i>	72
Tabela 9 – Parâmetros utilizados no <i>MEV</i> (Imagens do gabarito).	75
Tabela 10 – Tons de cinza médio das fases medidos nas imagens na amostra 01. . .	76
Tabela 11 – Tons de cinza médio das fases calculados pelo algoritmo para a amostra 01.	78
Tabela 12 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados para a amostra 01. . .	78
Tabela 13 – Parâmetros utilizados no <i>MEV</i> (Imagens do gabarito).	78
Tabela 14 – Fases informadas e resultado dos valores das constantes.	78
Tabela 15 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 02.	79
Tabela 16 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 03.	79
Tabela 17 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 04.	79
Tabela 18 – Resultados estatísticos - Algoritmo estimativa dos tons de cinza.	79

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
RAA	Reação Álcali Agregado
XRD	<i>X-ray Powder Diffraction</i>
SEM/XMA	<i>Scanning Electron Microscopy with X-Ray Microanalysis</i>
FCM	<i>Fuzzy C-Mean</i>
C-GRASP	<i>Continuous Greedy Randomized Adaptive Search Procedure</i>
QPSO	<i>Quantum-behaved Particle Swarm Optimization</i>
VND	<i>Variable Neighborhood Descent</i>
DRX	Difração de Raio X
FRX	Fluorescência de Raios-x
BSE	Elétron Retro-espalhado - <i>Backscattering Electron</i>
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados - <i>Electron BackScatter Diffraction</i>
EDS	<i>Energy-dispersive Epectrometry</i> - Espectroscopia de Raios X
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
BSD	<i>Backscattered Electrons</i>
WD	<i>Working Distance</i>
PSO	<i>Particle Swarm Optimization</i>
RNA	Rede Neural Artificial
RAS	Reação Álcali-sílica

LISTA DE SÍMBOLOS

Γ	Letra grega Gama
Λ	Lambda
ζ	Letra grega minúscula zeta
$\in$	Pertence

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	Motivação	17
1.2	Objetivo	18
1.2.1	Objetivo Geral	18
1.2.2	Objetivos Específicos	18
1.3	Contribuições	19
1.4	Estrutura da Tese	19
2	REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1	Abordagem Numérica do Processamento Digital de Imagens	21
2.1.1	Transformações Geométricas	22
2.1.1.1	Translação	22
2.1.1.2	Rotação	22
2.1.1.3	Escalação	23
2.1.1.4	Deformação	23
2.1.1.5	Redimensionamento	23
2.1.1.6	Espelhamento - <i>flip</i>	23
2.1.1.7	Encolhimento (<i>shrinking</i>)	24
2.1.2	Melhoramento da Imagem - <i>Image Enhancement</i>	25
2.1.2.1	Melhoramento do Contraste	25
2.1.2.2	Expansão de Contraste - <i>Contrast-stretching</i>	25
2.1.2.3	Recorte - <i>Clipping</i>	25
2.1.2.4	Segmentação de Imagens (<i>Thresholding</i>)	26
2.1.2.5	Equalização de Histograma	26
2.1.2.6	Filtros de Suavização	26
2.1.3	Morfologia de Imagens - Operações Lógicas em Imagens Binárias	28
2.1.3.1	Erosão	28
2.1.3.2	Dilatação	29
2.1.3.3	Abertura - <i>Opening</i>	29
2.1.3.4	Fechamento - <i>Closing</i>	30
2.1.4	Técnicas de Segmentação de Imagens	30
2.1.4.1	Métodos Baseados em Formas de Histograma	30
2.1.4.2	Métodos Baseados em <i>Cluster</i>	30
2.1.4.3	Métodos Baseados em Entropia	34
2.1.4.4	Métodos Baseados em Atributo de Objeto	34

2.1.4.5	Métodos Espaciais	34
2.1.4.6	Métodos Locais	34
2.1.5	Reconhecimento de Padrões	34
2.1.5.1	Entropia	34
2.1.5.2	Matriz de Coocorrência	35
2.1.6	Aprendizagem de Máquina - <i>Machine Learning</i>	36
2.1.6.1	Redes Neurais Artificiais (<i>RNA</i>)	37
2.2	Aquisição de Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (<i>MEV</i>)	39
2.2.1	Contraste em Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura	42
2.2.1.1	$\bar{Z}$ médio	42
2.2.1.2	Cálculo do Coeficiente de Elétrons Retransmitidos	43
2.2.1.3	Contraste	44
2.2.2	Difração de Raios X - <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	44
2.3	O Concreto como Material Compósito	45
2.3.1	Agregados do Concreto	47
2.3.1.1	Rochas	47
2.3.1.1.1	Ígneas ou Magmáticas	48
2.3.1.1.2	Sedimentares	48
2.3.1.1.3	Metamórficas	48
2.3.1.2	Controle Tecnológico das Rochas	49
2.3.2	Reação Álcali-agregado - <i>RAA</i>	49
3	TRABALHOS RELACIONADOS	51
4	METODOLOGIA	58
4.1	Ambiente de Desenvolvimento	58
4.2	Amostras	59
4.2.1	Preparação das Amostras de Rochas	59
4.2.2	Gabarito Padrão	60
4.3	Obtenção das Imagens	60
5	TÉCNICAS MATEMÁTICAS E ALGORITMOS	62
5.1	Identificação dos Tons de Cinza das Fases	62
5.2	Segmentação das Fases	66
5.2.1	Algoritmo <i>ZK-Means</i>	68
5.3	Algoritmos de Dispersão	69
5.3.1	Entropia	69
5.3.1.1	Implementação Computacional	69
5.3.1.2	Entropia por Quadrantes	69
5.3.2	Matriz de Coocorrência	71

5.4	Algoritmos Auxiliares	72
5.4.1	Algoritmo para a Geração de Imagens de <i>Benchmark</i>	72
5.4.2	Algoritmo para Cálculo do Tom Médio de uma Imagem	73
6	APLICAÇÃO DOS MÉTODOS PROPOSTOS	75
6.1	Aplicação do Polinômio para Cálculo dos Tons de Cinza das Fases .	75
6.2	Aplicação do Algoritmo de Segmentação <i>FK-Means</i> em Imagens de <i>Benchmark</i>	80
6.3	Aplicação do Algoritmo de Entropia em Imagens de <i>Benchmark</i> . .	82
6.4	Aplicação da Matriz de Coocorrência em Imagens de <i>Benchmark</i> .	83
7	ESTUDO DE CASO	85
7.1	Algoritmo de Segmentação Aplicado em Imagens de Rochas	85
7.2	Matriz de Coocorrência Aplicada em Imagens de Rochas	88
7.3	Entropia do Sistema Aplicada em Imagens de Rochas	90
8	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	93
	REFERÊNCIAS	95

1 INTRODUÇÃO

Atualmente a caracterização de materiais explora diferentes técnicas, desde imagens obtidas por microscopia eletrônica, imagens térmicas, análise espectral, dentre outras, sendo possível encontrar na literatura técnica atual um grande número de artigos publicados abordando redes neurais, algoritmos de aprendizagem de máquina, classificação e segmentação. Tais técnicas já estão bastante difundidas na área de medicina (diagnóstico automático de imagens) e, atualmente, estão sendo difundidas em outras áreas, como na engenharia dos materiais.

Dentre estas técnicas, pode-se utilizar a segmentação de imagens para realizar uma análise microestrutural de um material, como a composição de suas fases. A segmentação consiste em um processo que divide uma imagem em regiões distintas, cada uma com pixels com atributos similares. Estas regiões idealmente correspondem aos objetos, suas partes significativas, e ao fundo. Nas técnicas de segmentação (limiarização) baseadas em *clusters*, os dados do nível de cinza sofrem uma análise de agrupamento. Como exemplos destes algoritmos temos o algoritmo *K-Means*, um método baseado em centroide, que é o ponto geométrico médio obtido pela média dos valores nas coordenadas dos pontos de um *cluster*.

Uma aplicação prática dos algoritmos de clusterização é a análise da composição química do concreto. O concreto é, do ponto de vista da ciência dos materiais, um material compósito dos mais complexos produzidos pela humanidade, com características estruturais distintas e importantes em escalas de comprimento que variam de nanômetros a centenas de milímetros. Tem muitas fases mineralógicas e seu comportamento é dependente do tempo e é constituído a partir de materiais naturais cujas propriedades são bastante variáveis, e é sensível ao meio ambiente, que varia drasticamente em todo o mundo. (BULLARD et al., 2011).

O concreto pode apresentar certas limitações referentes a aspectos relacionados à durabilidade. Entre as possíveis causas da redução da durabilidade e deterioração das estruturas de concreto, como por exemplo carbonatação, formação de etringita e reação álcali-agregado. Esta última, a reação álcali-agregado (*RAA*) tem sido motivo de preocupações ao meio técnico nacional. A *RAA*, resumidamente, consiste em reações químicas que ocorrem entre agregados reativos (minerais silicosos reativos) e os hidróxidos alcalinos dissolvidos na solução dos poros do concreto, gerados na fase de hidratação do cimento Portland. Como resultado da reação álcali-agregado forma-se um gel higroscópico expansivo, podendo gerar expansão, fissuração, exsudação de gel e pipocamentos no concreto, com redução de resistência e módulo de deformação, além de movimentações

diferenciais nas estruturas (PEREIRA et al., 2018). Seu diagnóstico é bastante complexo e normalmente feito através de ensaios de expansão e análise de imagens que contam com certa subjetividade e limitação na quantidade de análise de imagens.

Os agregados do concreto, rochas e minerais, são um fator contribuinte para a reação álcali-agregado. Suas composições químicas contêm fases reativas de sílica, causando reações álcali-sílica e álcali-silicato (COSTA, 2019).

Nesse sentido, análise de imagens microscópicas tornam-se imperativas na identificação das fases de um mineral. Análises usando um microscópio de luz geralmente limitam a amostragem aos fragmentos maiores, já que algumas técnicas de obtenção de imagens usadas com frequência podem dissolver parcialmente ou completamente as partículas de tamanho mais fino. Um método alternativo de microscopia, que evita muitas dessas dificuldades, é a geração de imagens por microscopia eletrônica de varredura. (STUTZMAN, 2004)

A pesquisa desenvolveu uma abordagem computacional capaz de determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes bem como suas composições. Para tanto, implementou-se um algoritmo que estima o tom de cinza médio de uma fase, baseado no coeficiente de elétrons retransmitidos e foi incorporado um método de clusterização, utilizando-se da rotina de otimização *K-Means*. Nessa fase, a relação do contraste de cinza com a composição química foi obtida a partir do polinômio obtido por W. Reuter em 1972.

Também foram incorporados indicadores de dispersão de partículas (entropia e coocorrência). Para a análise quantitativa do aspecto da química das fases, utilizou-se da análise da matriz de coocorrência das imagens.

A validação da rotina foi obtida a partir de imagens simuladas (*benchmarks*) com as quais verificou-se a recuperação dos valores impostos às imagens e outros parâmetros de eficiência do processo automático da análise.

Com a validação, o programa foi aplicado à análise da distribuição de fases em rochas policristalinas, validando as respostas obtidas com análises de Difração de Raios-X e espectroscopia de fluorescência de raios-x e, também, em imagens de fases presentes em uma *amostra gabarito*, onde sua composição química é conhecida a priori.

1.1 Motivação

O desenvolvimento de materiais funcionais depende intrinsecamente de características microestruturais, especialmente com o aumento na produção de materiais que utilizam nanotecnologia, onde efeitos de interface, de distribuição e de composição de fases nas propriedades são marcantes. Por isso, a análise precisa e rápida de materiais em escala microscópica passa a ser imperativa no processo de desenvolvimento.

O treinamento de um técnico para realizar visualmente o diagnóstico de uma imagem de microscopia eletrônica pode durar anos e, mesmo assim, há uma certa subjetividade na análise destas. Também existe outra dificuldade, que é o número de imagens a serem processadas: cada imagem representa uma pequena fração da amostra, e, portanto, é necessária à geração e análise de uma grande quantidade de imagens para que ocorra um diagnóstico correto, com significância estatística.

Sendo assim, a análise de imagens microscópicas necessita de métodos que incorporem ferramentas computacionais que minimizem interpretações subjetivas pela complexidade das imagens e pelo elevado número de dados gerados.

Apesar de haver vários programas computacionais disponíveis para análise de imagens, existem nuances da análise microestrutural que se conectam profundamente com a natureza dos materiais de forma que a resposta da análise da imagem pode incorporar informações de natureza química, como por exemplo a composição da fase.

De fato, considerando o alcance da revisão crítica da literatura desse trabalho, nenhum programa computacional aborda, de forma automática, as nuances químicas referidas a priori.

A tese defendida nesse trabalho é de que é possível obter análises automáticas quantitativas em materiais policristalinos a partir de imagens de microscopia eletrônica de varredura em modo retro espalhado, desenvolvendo uma ferramenta computacional capaz de determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes bem como suas composições.

1.2 Objetivo

1.2.1 Objetivo Geral

Desenvolver algoritmos para auxílio na análise e caracterização de materiais policristalinos, utilizando imagens de microscopia eletrônica de varredura em modo retro espalhado.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Desenvolver um método para a identificação das fases de uma amostra mineral através da interpretação de imagens de microscopia eletrônica.
- Realizar estudos e desenvolver uma técnica de clusterização de dados e segmentação de imagens através da utilização de heurísticas.
- Verificar a eficiência do método proposto através da aplicação das técnicas em imagens de *Benchmark* e de um estudo de caso.

- Produzir um estudo de caso sobre a utilização das ferramentas desenvolvidas em imagens microscópicas de agregados do concreto.

1.3 Contribuições

A correta e rápida análise das propriedades dos minerais proporciona, já durante o desenvolvimento dos produtos, a possibilidade de melhorar a qualidade, a resistência e a durabilidade, entre outros, obtendo um produto com melhor desempenho, agregando assim, maior valor aos mesmos. Isso tem impacto direto sobre os custos de produção, tanto na economia de materiais como na redução de tempo para encontrar os materiais adequados.

Além da questão econômica, há uma contribuição na questão ambiental, consequência da redução do desperdício de materiais, da manutenção de estruturas, gerando uma redução no consumo de energia e diminuição da emissão de poluentes.

A presente pesquisa trará uma contribuição social, através da transferência de conhecimento para a sociedade. Como resultado, teremos um aumento de competitividade das empresas em âmbito regional e nacional.

1.4 Estrutura da Tese

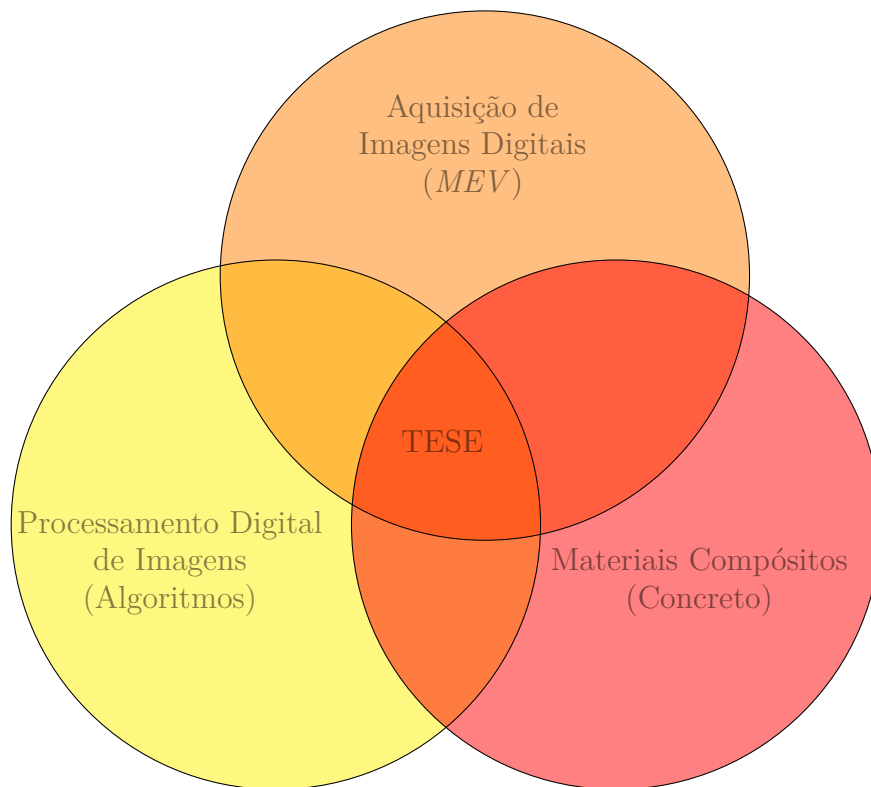
O trabalho está dividido em sete capítulos, organizados da seguinte forma:

- O Capítulo 1 é referente a introdução.
- O Capítulo 2 apresenta a fundamentação teórica do trabalho, com a descrição dos conceitos básicos do método principal e de todos os métodos necessários para o andamento deste trabalho.
- O Capítulo 3 cita os trabalhos relacionados existentes na literatura.
- O Capítulo 4 refere-se a metodologia empregada .
- O Capítulo 5 descreve as técnicas matemáticas e os algoritmos desenvolvidos e/ou utilizados para obtenção dos objetivos.
- O Capítulo 6 mostra uma aplicação do método proposto em imagens de *benchmarks*.
- O Capítulo 7 demonstra um estudo de caso utilizando imagens de agregados do concreto (rochas).
- O Capítulo 8 é a conclusão, validando o trabalho realizado.

A pesquisa bibliográfica foi dividida em três temas principais: uma abordagem numérica do processamento digital de imagens, a aquisição de imagens através da microscopia de varredura eletrônica e o material compósito concreto.

A Figura 1 mostra o diagrama da pesquisa com as relações entre as áreas: As imagens de agregados do concreto, adquiridas através do microscópio de varredura eletrônica, além de imagens de *Benchmark*, são processadas e analisadas por algoritmos de processamento digital de imagens.

Figura 1 – Diagrama da pesquisa.



Fonte: O próprio autor.

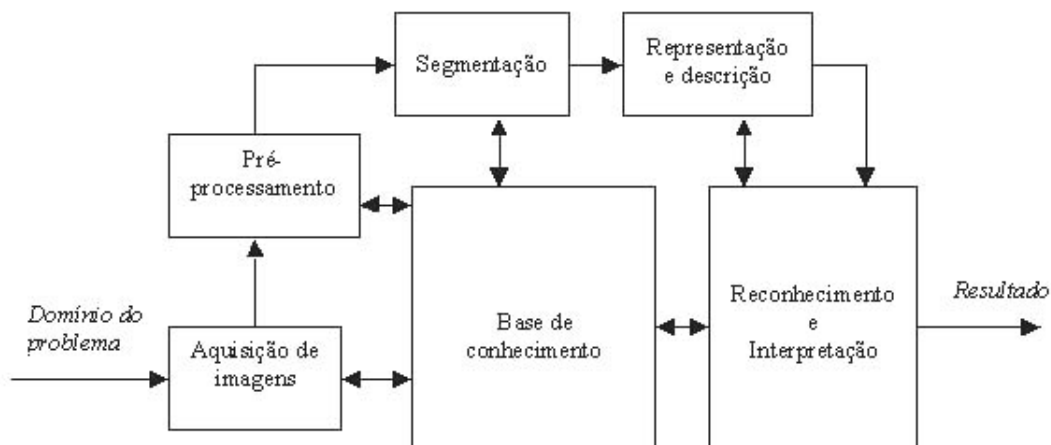
2 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo é realizada uma revisão da literatura, destacando os métodos de aquisição, de segmentação, de processamento e reconhecimento de padrões de imagens, pontos que serão analisados e observados no restante da tese.

2.1 Abordagem Numérica do Processamento Digital de Imagens

O processamento digital de imagens consiste em técnicas voltadas para a manipulação e análise de dados adquiridos por diversos tipos de sensores, manipulando estes dados de modo que a entrada e a saída do processo sejam imagens. Pode-se dizer, também, que processar uma imagem consiste em transformá-la sucessivamente com o objetivo de extrair mais facilmente uma informação nela presente. Através da utilização de algoritmos é possível criar, processar, transmitir e exibir imagens digitais. Assim, pode-se melhorar o aspecto visual de certas feições estruturais e fornecer outros subsídios para a sua interpretação, inclusive gerando produtos que possam ser posteriormente submetidos a outros processamentos (MELONI, 2009). O processamento envolve processos cujas entradas e saídas são imagens e, além disso, envolve processos de extração de atributos de imagens e, inclusive, o reconhecimento de objetos individuais (GONZALEZ; WOODS, 2010).

Figura 2 – Fases do processamento digital de imagens.



Fonte: (MOREIRA, 2020).

Conforme se observa na *Figura 2*, o processamento digital de imagens é composto por diversas fases (MOREIRA, 2020): Inicialmente é necessário realizar a aquisição da Imagem Digital, que é caracterizada pelo uso de dispositivos físicos dotados de sensores sensíveis a certos espectros de energia eletromagnética e, posteriormente, digitalizar o

sinal elétrico obtido. Um exemplo de equipamento para aquisição de imagens, utilizado neste trabalho, é o microscópio de varredura eletrônica, descrito na [Seção 2.2](#). O pré-processamento é a fase onde são realizadas transformações sobre a imagem visando um melhoramento na imagem para o sucesso das etapas posteriores, este melhoramento pode ser obtido, por exemplo, realçando contrastes ou reduzindo ruídos. Dentre as técnicas de pré-processamento, tem-se as transformações geométricas, que estão descritas na [Seção 2.1](#) e a morfologia de imagens ([Seção 2.1.3](#)). A segmentação ([Seção 2.1.4](#)) é responsável por dividir a imagem em regiões disjuntas com algum significado para a aplicação. Esta fase é totalmente dependente do domínio do problema. Na etapa da caracterização (ou descrição), procura-se extrair características das regiões segmentadas que tenham relevância para o processo. Por fim, a classificação é o processo que identifica a imagem.

2.1.1 Transformações Geométricas

Uma transformação geométrica consiste na realização de cópia de uma imagem alterando as relações físicas entre os objetos nela contidos. Isso inclui operações simples como translação, rotação e dimensionamento (ampliação e redução), bem como ações mais generalizadas que distorcem a imagem e movem as coisas dentro dela ([WU; MERCHANT; CASTLEMAN, 2008](#)). Neste processo há apenas uma transformação espacial da imagem, não havendo alteração na intensidade de cada pixel.

Dentre os principais tipos de operações geométricas podemos citar:

2.1.1.1 Translação

Consiste em transladar um ponto de coordenadas (x, y) para uma nova posição, usando-se o deslocamento (x_0, y_0) . A translação é realizada através do uso das *Equações* [\(2.1\)](#) e [\(2.2\)](#):

$$x^* = x + x_0 \quad (2.1)$$

$$y^* = y + y_0 \quad (2.2)$$

x^* e y^* são as coordenadas do novo ponto.

2.1.1.2 Rotação

O filtro de rotação consiste em girar uma imagem em um ângulo θ em relação ao seu centro. Em duas dimensões, as novas coordenadas (x^*, y^*) de um ponto (x, y) após a rotação são definidas de acordo com as *Equações* [\(2.3\)](#) e [\(2.4\)](#):

$$x^* = x \cos \theta - y \sin \theta \quad (2.3)$$

$$y^* = x \sin \theta + y \cos \theta \quad (2.4)$$

2.1.1.3 Escalonamento

Pontos no plano (x, y) podem ser escalonados (esticados) por fatores de escala Sx e Sy através de multiplicação, conforme *Equações* (2.5) e (2.6):

$$x^* = xSx \quad (2.5)$$

$$y^* = ySy \quad (2.6)$$

Onde o novo ponto (x^*, y^*) é resultado da multiplicação do ponto pela escala.

2.1.1.4 Deformação

A deformação de imagens é uma transformação geométrica genérica que modifica a relação espacial dos pontos na imagem, podendo ser uma simples rotação, translação ou deformações variantes no espaço bastante complexas.

2.1.1.5 Redimensionamento

O redimensionamento consiste em aumentar ou diminuir o tamanho físico de uma imagem alterando o número de pixels que ela contém. A *Equação* (2.7) irá dimensionar (aumentar ou diminuir) a imagem pelo fator M_x na direção x e M_y na direção y (WU; MERCHANT; CASTLEMAN, 2008).

$$g(x, y) = f[x/M_x, y/M_y] \quad (2.7)$$

2.1.1.6 Espelhamento - *flip*

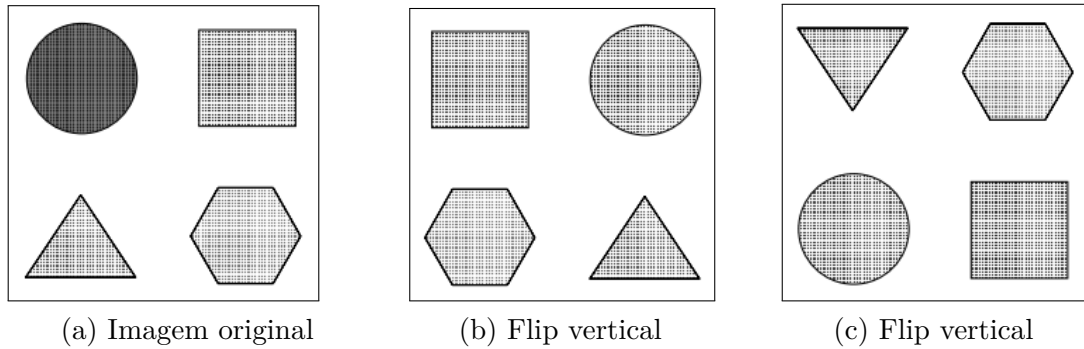
O espelhamento consiste em rotacionar um objeto em torno de um eixo de tal maneira que os pontos na posição original e na rotacionada mantenham a mesma distância em relação a uma linha de referência. É uma operação que combina a rotação por ângulos múltiplos de 90° com o cálculo de matriz transposta. A rotação pode ser horizontal ou vertical:

- *Flip* horizontal: rotação de 90° no sentido horário (270° anti-horário) da versão transposta da imagem original.

- *Flip* vertical: rotação de 90° no sentido anti-horário (270° horário) da versão transposta da imagem original.

A *Figura 3* mostra exemplos de *flip* horizontal e *flip* vertical.

Figura 3 – Exemplos de *Flip* horizontal e vertical



Fonte: (MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999).

2.1.1.7 Encolhimento (*shrinking*)

O método de interpolação bilinear, que utiliza informações conhecidas para estimar valores desconhecidos, é comumente utilizado para realizar operações de encolhimento e ampliação. Consiste em realizar a interpolação de valores dos vizinhos próximos, calculando a média ponderada de distância destes vizinhos para determinar a intensidade de cada pixel (x^*, y^*) na imagem transformada.

Na *Figura 4* tem-se um exemplo do funcionamento do método de encolhimento. Cada um dos números da matriz 4a representa o valor de um tom de cinza ($0 \sim 255$) de uma imagem qualquer. Neste caso, cada grupo de 4 pixels é transformado em apenas 1 pixel, sendo que a média dos pixels marcados em vermelhos, $(190 + 200 + 110 + 72)/4 = 143$, resulta no valor do pixel representado em vermelho na matriz 4b. O processo se repete para cada um dos grupamentos seguintes, o que transforma a imagem modelo em uma imagem com $1/4$ do tamanho original (*Figura 4b*).

Figura 4 – Exemplos de interpolação bilinear.

190	200	10	40
110	72	30	100
180	20	130	00
100	20	30	250

(a) Matriz de imagem original.

143	45
80	95

(b) Matriz resultante.

Fonte: O próprio autor..

2.1.2 Melhoramento da Imagem - *Image Enhancement*

Os métodos de *image enhancement* permitem melhorar a qualidade visual da imagem ou de uma parte dela, consistindo normalmente num processo subjetivo (ALMEIDA, 2017). O objetivo pode ser melhorar o contraste, detectar características e realçar objetos, reduzir ruídos e interferências, entre outros: ou seja, obter uma melhoria na informação para interpretação humana ou por uma máquina.

As técnicas de melhoramento devem ser orientadas a um problema específico. Como exemplo, um método bastante útil para realçar imagens de raios X pode não ser a melhor técnica para realçar imagens de satélite capturadas na banda infravermelha do espectro eletromagnético. Não existe uma “teoria” geral para o realce de imagens. Quando uma imagem é processada para a interpretação visual, o observador é o juiz em relação ao desempenho de um método particular (GONZALEZ; WOODS, 2010).

Dentre os diversos algoritmos de melhoramentos de imagens, podemos citar:

2.1.2.1 Melhoramento do Contraste

O contraste é o intervalo de níveis de cinza assumidos pelos pontos de uma imagem, ou seja, mede a diferença de luminosidade entre as áreas claras e escuras em uma imagem. A comparação entre as diversas tonalidades de cinza da imagem auxilia na identificação e na separação de objetos do fundo da imagem.

2.1.2.2 Expansão de Contraste - *Contrast-stretching*

Uma das mais simples funções lineares definidas por partes é a transformação de expansão de contraste. Imagens de baixo contraste podem resultar de uma iluminação ruim, de uma faixa dinâmica insuficiente no sensor de imagem ou até mesmo de uma configuração errada da abertura de uma lente no momento da aquisição da imagem. O alargamento de contraste é um processo que expande a faixa de níveis de intensidade de uma imagem de modo a incluir todo o intervalo de intensidades do meio de gravação ou do dispositivo de exibição (GONZALEZ; WOODS, 2010).

2.1.2.3 Recorte - *Clipping*

Clipping - ou recorte - é um procedimento qualquer que identifica porções de uma figura que estão dentro ou fora de uma região do espaço específico (janela). O *clipping* pode ser classificado em cinco tipos: recorte de pontos (*point clipping*), recorte de linhas (*line clipping*), recorte de áreas e polígonos (*area and polygon clipping*), recorte de curvas (*curve clipping*) e recorte de texto (*text clipping*). (LAPIX - Image Processing and Computer Graphics Lab, 2021):

A técnica utilizada neste trabalho foi a de recorte de pontos. Considerando que a janela para recorte seja uma área retangular, o ponto $p(x, y)$ que deve ser apresentado na janela é aquele que satisfaz as seguintes inequações:

$$x_{min} \leq x \leq x_{max} \quad (2.8)$$

$$y_{min} \leq y \leq y_{max} \quad (2.9)$$

2.1.2.4 Segmentação de Imagens (*Thresholding*)

Thresholding é o processo que divide uma imagem em regiões distintas, cada uma com pixels com atributos similares. Este método é melhor estudado na *Seção 2.1.4*, onde se detalha as técnicas utilizadas na segmentação de imagens.

2.1.2.5 Equalização de Histograma

A equalização de histograma consiste em uniformizar, de forma automática, o histograma de uma imagem. Este procedimento redistribui os níveis de cinza existentes mapeando-os para novos níveis. Desta maneira, o contraste é melhorado.

O algoritmo para realizar a equalização de um histograma utiliza a *Equação (2.10)* para o cálculo do histograma, a *Equação (2.11)* para normalizar o histograma acumulado na faixa $[0, L]$ e a *Equação (2.12)* para transformar a imagem.

$$h(r_k), K \in [0, L - 1] \quad (2.10)$$

$$T(r_k) = \frac{(L - 1)}{h(r_l)} \sum_{j=0}^k h(r_j) \quad (2.11)$$

$$I = T(r_k), K \in [0, L - 1] \quad (2.12)$$

onde:

$h(r_k)$ é o valor do histograma na posição k ;

r_k é a intensidade;

L é a quantidade de bits da imagem;

$h(r_l)$ é a quantidade de pixels da imagem;

$r = 0$ representa o preto; e

$r = (L - 1)$ representa o branco.

2.1.2.6 Filtros de Suavização

Os filtros de suavização têm como objetivo melhorar a qualidade das imagens através da redução das variações nos níveis de cinza, atenuação das altas frequências e

minimização de ruídos. Nos filtros a seguir, a presença de uma máscara significa que a matriz percorre toda a imagem e cada pixel correspondente a posição central da matriz terá seu valor alterado pela média ponderada com os respectivos coeficientes.

- Gaussiano

O filtro Gaussiano tem como finalidade suavizar uma imagem, dando um leve borramento. Os coeficientes da máscara são derivados a partir de uma função Gaussiana bidimensional. Uma função discreta com média zero e desvio padrão σ é mostrada na *Equação (2.13)* e uma das máscaras que representa esse filtro no domínio espacial da imagem digital é a matriz 3×3 , visualizada na *Equação (2.14)*

$$G(x, y) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \exp\left(\frac{-(x^2 + Y^2)}{2\sigma^2}\right) \quad (2.13)$$

$$\frac{(1)}{16} \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 2 & 4 & 2 \\ 1 & 2 & 1 \end{bmatrix} \quad (2.14)$$

- Média

A máscara que representa esse filtro no domínio espacial da imagem digital é a matriz 3×3 , mostrada na *Equação (2.15)*

$$\frac{(1)}{9} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{bmatrix} \quad (2.15)$$

- Mediana

O filtro de mediana suaviza a imagem sem diminuir sua resolução. Neste filtro, os pontos da vizinhança de (x, y) , dentro de uma janela na imagem, são ordenados e tomados como novo valor para (x, y) o valor mediano desta ordenação.

- Sobel

Realça linhas verticais e horizontais mais escuras que o fundo, sem realçar pontos isolados. O operador Sobel é dado pela *Equação (2.16)*, onde a é representada pela máscara da *Equação (2.17)*, detectando variações no sentido horizontal e b é representada pela máscara da *Equação (2.18)*, detectando variações no sentido vertical.

$$a' = \sqrt{a^2 + b^2} \quad (2.16)$$

$$\frac{(1)}{4) \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -2 & -1 \end{bmatrix} \quad (2.17)$$

$$\frac{(1)}{4) \begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 2 & 0 & -2 \\ 1 & 0 & -1 \end{bmatrix} \quad (2.18)$$

2.1.3 Morfologia de Imagens - Operações Lógicas em Imagens Binárias

As principais aplicações das operações lógicas em imagens binárias são a remoção de pequenas regiões, remoção de buracos em regiões, suavização da forma dos contornos e esqueletização.

O princípio básico da morfologia matemática consiste em extrair as informações relativas à geometria e à topologia de um conjunto desconhecido (uma imagem), pela transformação através de outro conjunto completamente definido, chamado elemento estruturante. Portanto, a base da morfologia matemática é a teoria de conjuntos (MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999). O conjunto de todos os pixels pretos em uma imagem binária é uma descrição completa dessa imagem. A *Figura 5* mostra em 5a a matriz que representa a imagem e em 5b um dos possíveis elementos estruturantes.

Figura 5 – Representação de uma imagem através de conjuntos.

$$S = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad E = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

(a) Imagem digital. (b) Elemento estruturante.

Fonte: O próprio autor..

Dentre as principais operações morfológicas podemos citar:

2.1.3.1 Erosão

Esta morfologia provoca efeitos de erosão das partes claras da imagem, gerando imagens mais escuras. Os pixels mais exteriores da região são removidos. Como inconvenientes podemos citar a possibilidade de ocorrer a divisão de uma região em duas e a eliminação de pequenas regiões.

A *Figura 6* mostra a operação morfológica $R(S, E) = S \ominus (-E)$, responsável pela erosão, onde:

$R(S, E)$ é a matriz resultante (6c),

S é a matriz que representa a imagem original (6a),

E é a matriz estruturante (6b).

Figura 6 – Representação da operação de erosão.

$$S = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad E = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad R = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

(a) Imagem digital. (b) Elemento estruturante. (c) Imagem resultante.

Fonte: O próprio autor..

2.1.3.2 Dilatação

Ao contrário da erosão, esta morfologia provoca efeitos de dilatação das partes mais escuras da imagem, gerando imagens mais claras. Na dilatação, uma camada a mais de pixels é acrescentada à região. Tem como inconvenientes a possível ocorrência da junção de duas regiões numa só e o enchimento de pequenas concavidades.

A Figura 7 mostra a operação morfológica $R(S, E) = S \oplus E$, responsável pela dilatação, onde:

$R(S, E)$ é a matriz resultante (7c),

S é a matriz que representa a imagem original (7a),

E é a matriz estruturante (7b).

Figura 7 – Representação da operação de dilatação.

$$S = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad E = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad R = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 1 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

(a) Imagem digital. (b) Elemento estruturante. (c) Imagem resultante.

Fonte: O próprio autor..

2.1.3.3 Abertura - *Opening*

A abertura é obtida através do encadeamento do filtro de erosão seguido pelo de dilatação. Nesta operação é acrescentada mais uma camada de pixels à região. A abertura, em geral, suaviza o contorno de uma imagem, quebra istmos estreitos e elimina proeminências delgadas. (MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999).

2.1.3.4 Fechamento - *Closing*

A abertura é obtida através do encadeamento do filtro de dilatação seguido pelo de erosão. O fechamento funde pequenas quebras e alarga golfos estreitos, elimina pequenos orifícios e preenche *gaps* no contorno (MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999).

2.1.4 Técnicas de Segmentação de Imagens

Segmentação é o processo que divide uma imagem em regiões distintas, cada uma com píxeis com atributos similares. Estas regiões idealmente correspondem aos objetos, suas partes significativas, e ao fundo. Tarefas subsequentes como interpretação, reconhecimento e classificação de objetos dependerão fortemente da qualidade do processo de segmentação. As abordagens utilizadas passam, geralmente, pela tentativa de identificar regiões ou limites dos objetos na imagem, constituindo duas perspectivas diferentes, contudo complementares. (ALMEIDA, 2017)

Os métodos de Segmentação (limiarização), segundo (SANKUR; SEZGIN, 2001), podem ser divididos em seis grupos: métodos baseados em formas de histograma, métodos baseados em clusters, métodos baseados em entropia, métodos baseados em atributo de objeto, métodos espaciais e métodos locais.

2.1.4.1 Métodos Baseados em Formas de Histograma

Esta categoria de métodos atinge um limiar com base nas propriedades de forma do histograma. Basicamente, dois picos principais e um vale interativo são procurados usando ferramentas como o casco convexo do histograma, ou a sua curvatura e zero cruzamento dos componentes das ondas.

2.1.4.2 Métodos Baseados em *Cluster*

Nesta classe de algoritmos, os dados do nível de cinza sofrem uma análise de agrupamento de objetos de acordo com suas características. São analisadas as semelhanças entre os objetos e os semelhantes são agrupados no mesmo *cluster*. Dentre os métodos baseados em *cluster* podemos destacar:

- ***Algoritmo K-Means***

O algoritmo *K-Means* fornece uma classificação de informações automaticamente, sem a necessidade de nenhuma supervisão humana, de acordo com os dados de entrada. Sendo assim, é considerado como um algoritmo de mineração de dados não

supervisionado. A boa performance do algoritmo é dependente da inicialização e pode facilmente prover soluções em mínimos locais.

$$m_i = \frac{1}{|C_i|} \sum_{p_j \in C_i} p_j \quad (2.19)$$

Seu funcionamento é baseado em análise e comparações entre os valores numéricos dos dados. O algoritmo realiza uma limiarização onde minimiza a soma do erro quadrático entre os objetos e o seu respectivo centroide. Uma visão geral do algoritmo é apresentada no pseudocódigo do *Algoritmo 1*, onde o novo valor dos centroides (*passo 4*) é calculado fazendo-se a média de cada atributo de todos os pontos que pertencem a esta classe, conforme a *Equação (2.19)*. C_i são os *clusters*, m_i são os centroides e p_j são os objetos a serem agrupados.

Algoritmo 1: Pseudocódigo do Algoritmo K-Means.

input : Matriz $A_{m \times n}$ /* Arquivo de imagem */
output : Imagens segmentadas

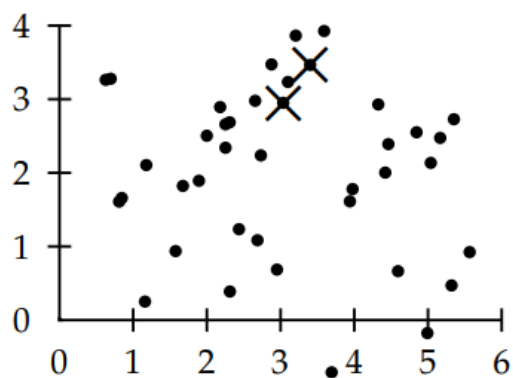
- 1 Definir aleatoriamente os centroides;
- 2 Gerar uma matriz de distância entre cada ponto e os centroides;
- 3 Colocar cada ponto nas classes de acordo com a sua distância do centroide da classe;
- 4 Calcular os novos centroides para cada classe;
- 5 Voltar ao passo 2 e repetir até não haver mais alterações;
- 6 **return** Imagens segmentadas.

No exemplo da *Figura 8* pode-se visualizar uma interpretação gráfica no plano bi-dimensional da formação dos k *clusters* ($k = 2$ em $\mathbb{R}^2$): A *Figura 8a* mostra os elementos a serem segmentados e os *clusters* iniciais, gerados aleatoriamente; na *Figura 8b* pode-se ver a atribuição dos elementos aos respectivos *clusters*, utilizando a distância euclidiana; uma iteração, onde são recalculadas as novas posições dos centroides, é visualizada na *Figura 8c*; a posição final dos centroides e seus respectivos elementos estão demonstrados na *Figura 8d*. A convergência acontece em 9 iterações, momento em que não há mais alteração na movimentação dos centroides. A *Figura 8e* mostra o deslocamento dos centroides após cada iteração.

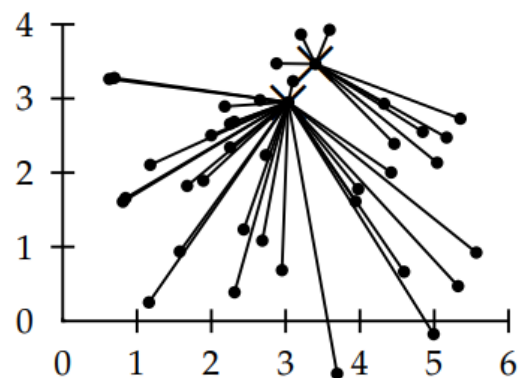
- **Algoritmo Fuzzy C-Means (FCM)**

O *Fuzzy C-Means* é um algoritmo de agrupamento difuso baseado na teoria dos conjuntos difusos para criar clusters homogêneos. Este algoritmo considera o agrupamento como um problema de otimização onde uma função objetivo deve ser minimizada (BARRAH; CHERKAoui; SARSRI, 2016).

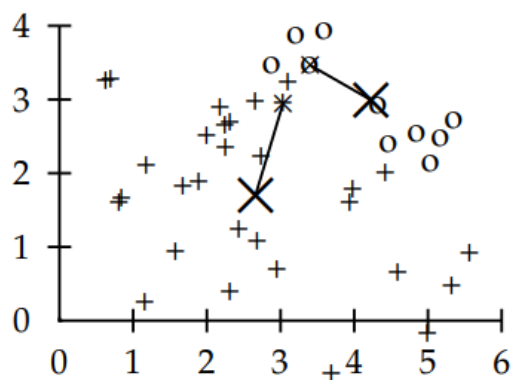
- **Image Foresting Transform - IFT**

Figura 8 – Representação gráfica do algoritmo *K-means*.

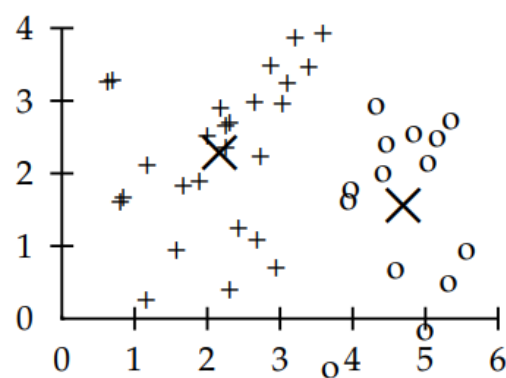
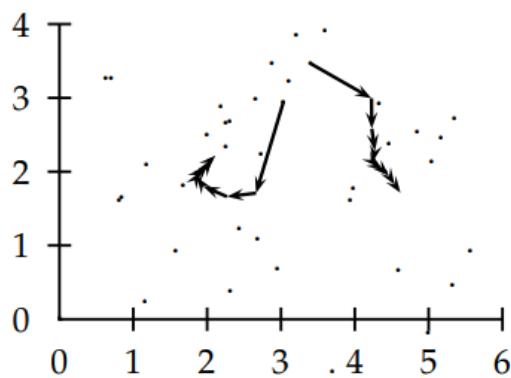
(a) Seleção das sementes



(b) Atribuição dos elementos

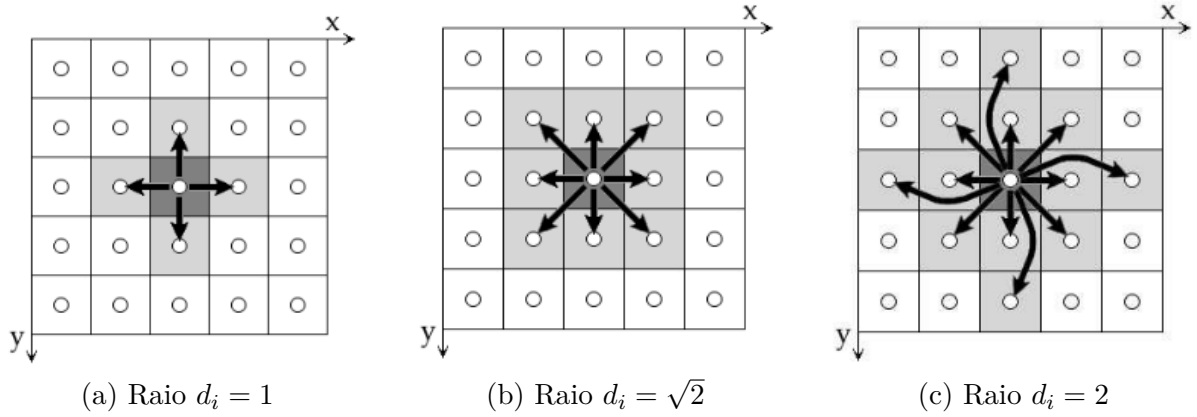


(c) Recálculo e movimento

(d) *Clusters* após convergência(e) Movimento dos *centroides* (9 iterações)

Fonte: ([MANNING; HINRICH; SCHÜTZE, 2009](#)).

Figura 9 – Representação da imagem como um grafo.



Fonte: Adaptado de (MIRANDA, 2010).

A *Image Foresting Transform (IFT)* é uma versão do algoritmo de caminho de custo mínimo Dijkstra, otimizada para usar mais de uma entrada e maximizar os operadores de processamento de imagem digital.

A imagem é interpretada como um grafo, cujos nós são os pixels e os arcos são definidos por uma relação de adjacência. A *Figura 9* mostra uma relação de adjacência, utilizando a distância euclidiana, onde $A : (s, t) \in A$ se $\|t - s\| \leq d_i$

- **Transformada *watershed***

A transformada *watershed* é uma técnica morfológica de segmentação de imagens inspirada na divisão de superfícies em bacias hidrográficas, tendo diversas formas de definição e de algoritmos (KÖRBES, 2010).

Seu funcionamento é baseado na noção de divisão de águas de uma superfície, tal como um terreno, onde se deseja identificar as bacias de captação dos mínimos regionais. Nesta representação topográfica, o valor da intensidade de cada pixel representa a elevação nesse ponto da imagem. Ao encontrar os mínimos locais, estes são "escavados" até o nível mais baixo da superfície. Depois visualize um líquido emergindo pelas perfurações a uma taxa constante para toda a cena, de tal modo que ele alcance a superfície e comece a preencher os seus vales. No momento em que o líquido preencher completamente um vale, transbordar e se encontrar com o excesso de líquido originado a partir de outra região, se estabelece uma fronteira de *watershed*. Assim, quando todas as "bacias hidrográficas" transbordarem, as linhas fronteiriças estarão totalmente formadas, dividindo o domínio da cena em regiões distintas. (SILVA, 2015)

2.1.4.3 Métodos Baseados em Entropia

Esta classe de algoritmos explora a entropia da distribuição dos níveis de cinza em uma cena. A maximização da entropia da imagem limiar é interpretada como indicativa da transferência máxima de informações.

2.1.4.4 Métodos Baseados em Atributo de Objeto

Os algoritmos considerados nesta categoria selecionam o valor do limiar com base em alguma medida de similaridade entre a imagem original e a versão binarizada da imagem. Esses atributos podem assumir a forma de bordas e formas ou pode considerar diretamente a imagem de nível de cinza original para semelhança de imagem binária. Alternativamente, eles consideram certos atributos de imagem, como compactação ou conectividade dos objetos resultantes do processo de binarização ou a coincidência dos campos de borda.

2.1.4.5 Métodos Espaciais

Nesta classe de algoritmos, utiliza-se a informação espacial de píxeis de objeto e de fundo, por exemplo, na forma de probabilidades de contexto, funções de correlação, probabilidades de coocorrência, modelos de dependência linear locais de píxeis, entropia bidimensional etc.

2.1.4.6 Métodos Locais

Um limite que é calculado em cada pixel caracteriza essa classe de algoritmos. O valor do limite depende de algumas estatísticas locais, como variação de alcance e parâmetros de ajuste de superfície ou suas combinações lógicas.

2.1.5 Reconhecimento de Padrões

2.1.5.1 Entropia

A entropia é originária de estudos de termodinâmica, onde foi introduzida para caracterizar o grau de desordem de um sistema. O conceito de entropia adotado por (SHANNON, 1948) desenvolve um modelo teórico para o problema da comunicação, envolvendo a transmissão de mensagens digitais. Embora seu trabalho tenha se destacado mais pela medida de quantificação de entropia que propôs, devido as suas propriedades, o conceito tem várias aplicações nas mais diversas áreas, como criptografia, codificação de sinais, biologia, inferência estatística, computação quântica, dentre outras.

O algoritmo de entropia tem a finalidade de mensurar o grau de organização de um sistema. No caso de imagens binárias, a entropia é calculada utilizando uma imagem

representada por 0 e 1. Quanto maior for o valor da entropia, mais irregular ou sem padrão será a imagem. Para uma imagem contendo um único tom de cinza em toda a sua extensão (o 0 ou o 1 em uma imagem binária), temos que sua entropia é igual a 0, pois não é possível obter nenhuma informação. A *Equação (2.20)* é utilizada para calcular o grau de entropia em imagens binárias.

$$E = - \sum_{ij} P_{ij} \log(P_{ij}) \quad (2.20)$$

onde:

$$P_{ij} = \sum_{ij} \frac{n}{t} \quad (2.21)$$

P_{ij} = probabilidade da ocorrência de um evento em i, j ;

n = número de casos que nos interessam: ocorrências de pixels com valor 1 da coordenada 0,0 até i, j ;

t = número total de casos possíveis, ou seja, o total de pixels da coordenada 0,0 até i, j .

2.1.5.2 Matriz de Coocorrência

Em 1972, (HARALICK; SHANMUGAM; DINSTEN, 1973) utilizaram uma matriz de coocorrência com a finalidade de extrair atributos de uma imagem, no caso, o padrão de textura.

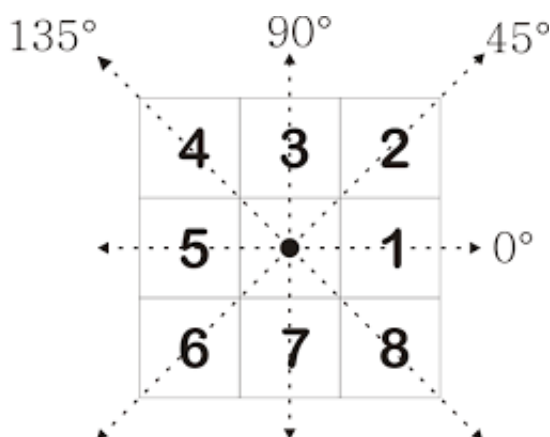
A matriz de coocorrência consiste em uma contagem de quantas vezes um determinado par de tom de cinza ocorre na imagem. Os elementos de uma matriz de coocorrência contêm a frequência com que ocorrem transições nos níveis de cinza em uma imagem, considerando a distância d e a direção θ . A matriz resultante é uma matriz bidimensional quadrada com tamanho igual aos níveis de cinza, indiferente do tamanho da imagem.

A *Figura 10* mostra as relações espaciais entre os pixels que serão analisados em relação aos ângulos para o pixel central com $d=1$. As células 1 e 5 correspondem a $\theta = 0^\circ$, 2 e 6 correspondem a $\theta = 45^\circ$, 3 e 7 correspondem a $\theta = 90^\circ$ e as células 4 e 8 correspondem a $\theta = 135^\circ$.

A *Figura 11* ilustra a construção da matriz de coocorrência, onde foi utilizada $d=1$ e $\theta = 0^\circ$. Para uma melhor compreensão, apenas o vizinho da direita foi considerado.

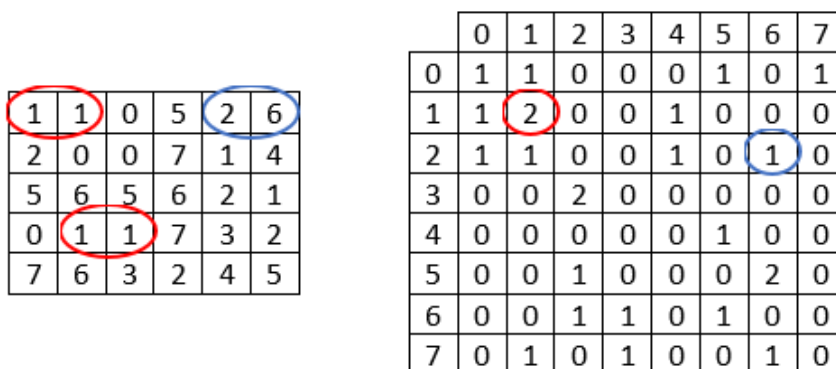
A tabela da direita na *Figura 11* mostra a matriz de coocorrência construída através da imagem representada na tabela da esquerda desta mesma figura. Esta imagem contém 8 tons de cinza, onde o 0 representa o preto e o 7 o branco. O algoritmo percorre toda

Figura 10 – Ângulos para o cálculo na matriz de coocorrência.



Fonte: Baseado em (HARALICK; SHANMUGAM; DINSTEIN, 1973).

Figura 11 – Construção da matriz de coocorrência.



Fonte: O próprio autor.

a matriz da imagem, da esquerda para a direita e de cima para baixo, comparando o pixel atual com o seu vizinho. Cada ocorrência de um par de pixels é somada à matriz de coocorrência. Neste exemplo, os destaques em vermelho na figura representam as duas ocorrências do par de tons de cinza 1-1 encontrados na imagem e os mesmos são representados na matriz de coocorrência, na linha 1 e coluna 1 com o valor 2 (duas ocorrências). Já o destaque em azul mostra a incidência do par de tons de cinza 2-6, e está representado na linha 2 e coluna 6, com o valor 1.

2.1.6 Aprendizagem de Máquina - *Machine Learning*

O aprendizado de máquina pode ser definido como uma aplicação da inteligência artificial que aprende e aprimora automaticamente a experiência sem ser expressamente programada para isso. O aprendizado é resultado da análise de quantidades cada vez maiores de dados, de modo que os algoritmos básicos não mudam, mas os pesos e vieses internos do código, usados para selecionar uma resposta específica, sim (MUELLER, 2020).

Fundamentalmente, Machine Learning é a utilização de algoritmos para extrair

informações de dados brutos e representá-los através de algum tipo de modelo matemático. Usamos então este modelo para fazer inferências a partir de outros conjuntos de dados. Existem muitos algoritmos que permitem fazer isso, mas um tipo em especial vem se destacando, as redes neurais artificiais ([DATA SCIENCE ACADEMY, 2021](#)).

2.1.6.1 Redes Neurais Artificiais (RNA)

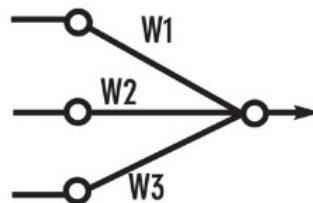
O conceito de Rede Neural Artificial teve início com o trabalho de ([MCCULLOCH; PITTS, 1943](#)), que fizeram uma analogia entre células nervosas vivas e o processo eletrônico. Uma rede neural artificial (RNA) é uma técnica de computação na qual pretende-se simular o comportamento da estrutura neural de organismos inteligentes e sua estrutura paralela, onde se adquire conhecimento através da experiência.

Uma RNA pode ser formada por centenas ou milhares de neurônios artificiais (unidades de processamento). Estão, normalmente, ligados por canais de comunicação que estão associados a determinado peso. Os neurônios fazem operações sobre seus dados locais, que são entradas recebidas pelas suas conexões. O comportamento inteligente de uma RNA vem das interações entre os neurônios.

A operação de uma unidade de processamento (*perceptron*) proposta por ([MCCULLOCH; PITTS, 1943](#)), pode ser resumida, segundo ([CARVALHO, 2021](#)), da seguinte maneira: 1) Sinais são apresentados à entrada; 2) Cada sinal é multiplicado por um número, ou peso, que indica a sua influência na saída da unidade; 3) É feita a soma ponderada dos sinais que produz um nível de atividade; 4) Se este nível de atividade exceder um certo limite (threshold) a unidade produz uma determinada resposta de saída.

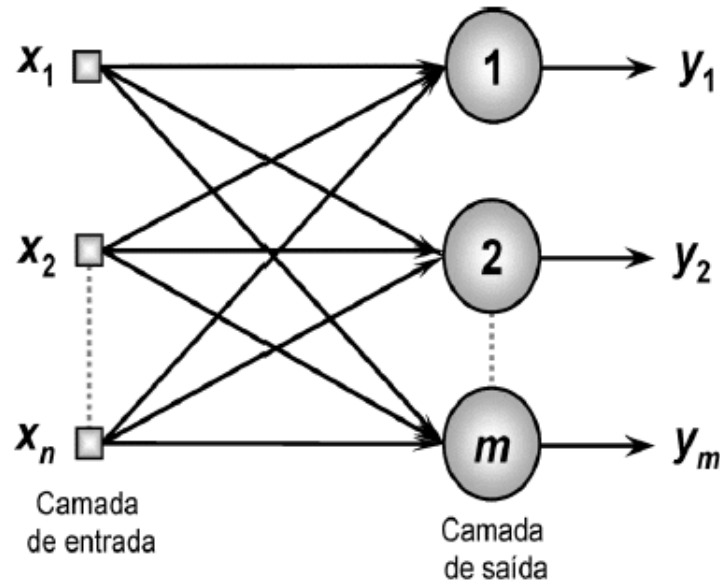
Na [Figura 12](#) tem-se a representação de um modelo simplificado de um *perceptron* de camada simples e a [Figura 13](#) mostra o esquema de um perceptron de camada simples. Arquiteturas neurais são tipicamente organizadas em camadas, com unidades que podem estar conectadas às unidades da camada posterior ([CARVALHO, 2021](#)). O esquema de uma rede neural de camadas múltiplas pode ser visto na [Figura 14](#)

Figura 12 – Modelo simplificado de um *perceptron* de camada simples.

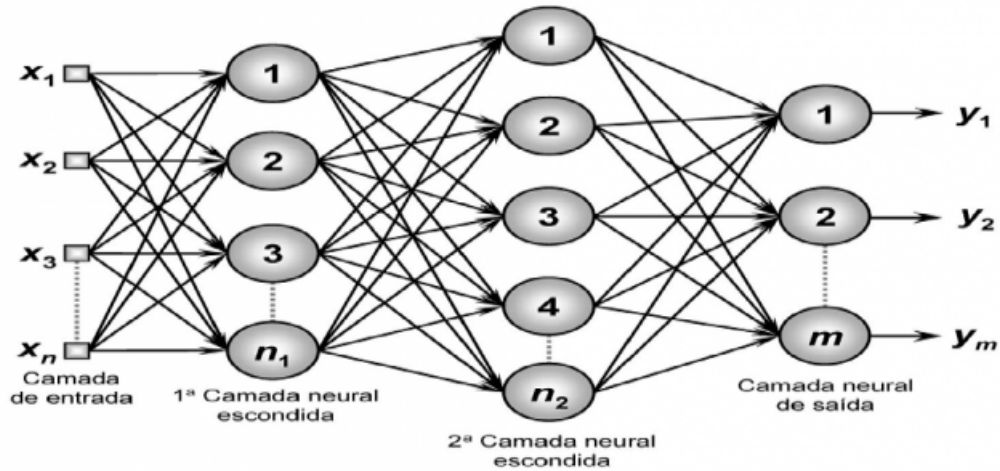


Fonte: ([PALMIERE, 2016](#))

Para que uma Rede Neural funcione adequadamente é necessário treiná-la. O treinamento consiste basicamente em fazê-la adotar valores de pesos e limiares baseados

Figura 13 – Esquema de um *perceptron* de camada simples.

Fonte: (PALMIERE, 2016)

Figura 14 – Esquema de um *perceptron* de camadas múltiplas.

Fonte: (PALMIERE, 2016)

em suas amostras de entrada, de modo que qualquer outra amostra futura apresentada a ela seja corretamente classificada. Serão apresentadas amostras/dados na entrada da rede e direcionada uma resposta desejada, fazendo com que a rede seja obrigada a modificar seus pesos e limiares. Assim, qualquer outro valor apresentado a ela, depois que a rede estiver corretamente treinada, produzirá uma saída ou resultado igual ou próximo do desejado (PALMIERE, 2016).

Os três principais tipos de treinamento, segundo (CARVALHO, 2021) são o treinamento supervisionado, quando é utilizado um agente externo que indica à rede a resposta desejada para o padrão de entrada; o aprendizado não supervisionado (auto-organização),

quando não existe uma agente externo indicando a resposta desejada para os padrões de entrada e o reforço, quando um crítico externo avalia a resposta fornecida pela rede.

Considerando os leques de aplicabilidades em que as redes *perceptron* de múltiplas camadas são passíveis de serem utilizadas, destacam-se três classes de problemas que acabam concentrando grande parte de suas aplicações, ou seja, os problemas que envolvem a classificação (reconhecimento) de padrões, os problemas relacionados à aproximação de funções e aqueles direcionados para sistemas dinâmicos (variantes no tempo) (SILVA; SPATTI; FLAUZINO, 2019).

Tendo explorado as técnicas matemáticas sobre o processamento digital de imagens, o âmbito deste estudo abordará as imagens que foram adquiridas através do microscópio eletrônico de varredura.

2.2 Aquisição de Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Um microscópio tem como função ampliar a visualização de uma amostra, tornando visível o que não pode ser visto diretamente pelo olho humano por ser muito pequeno. Os microscópios ópticos convencionais são limitados a um aumento máximo de 2000 vezes devido aos efeitos de difração, resultante do comprimento de onda da radiação incidente (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Já um microscópio eletrônico de varredura utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico convencional, o que permite aumentar a resolução. As máquinas atuais permitem, sem muita dificuldade, ampliações de 5 mil a 500 mil vezes.

A imagem eletrônica de varredura é formada, segundo (DUARTE et al., 2003), pela incidência de um feixe de elétrons na amostra, sob condições de vácuo. A incidência do feixe de elétrons na amostra promove a emissão de elétrons secundários, retroespalhados, *auger* e absorvidos, assim como de raios X característicos e de catodoluminescência.

A imagem eletrônica de varredura representa em tons de cinza o mapeamento e a contagem de elétrons secundários (*SE - secondary electrons*) e retroespalhados (*BSE - backscattering electrons*) emitidos pelo material analisado (DUARTE et al., 2003).

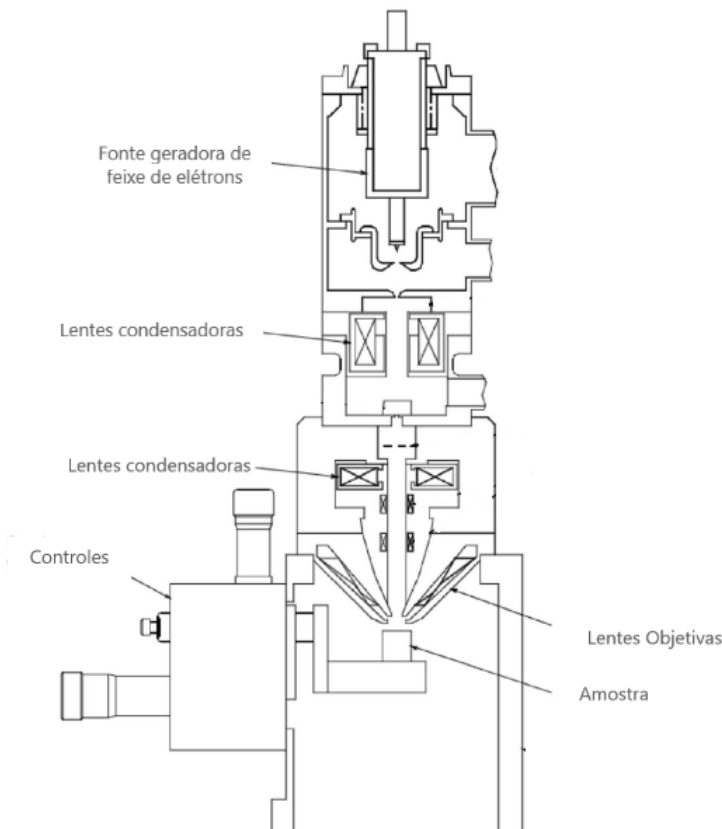
Os *MEV - Scanning Electron Microscopy (SEM)* - são compostos basicamente, segundo (HAFNER, 2007), pela coluna do microscópio, uma câmara de amostras e um sistema de vácuo. Os principais elementos dentro da coluna e da câmara são:

- Uma fonte geradora de feixe de elétrons que são acelerados para baixo na coluna;
- Uma série de lentes condensadoras e objetivas que controlam o diâmetro do feixe e focam o feixe sobre a amostra;

- Uma série de aberturas (furos em micro escala numa película de metal), em que o feixe passa, afetam as propriedades do feixe;
- Controles para posição da amostra;
- Uma área de interação entre o feixe e a amostra que gera vários tipos de sinais que podem ser detectados e processados para produzir uma imagem ou um espectro.
- Um sistema de vácuo, o qual mantém a coluna e a câmara com altos níveis de vácuo.

A *Figura 15* mostra o desenho esquemático dos componentes básicos do *MEV*.

Figura 15 – Desenho esquemático dos componentes básicos do *MEV*.



Fonte: Adaptado de ([HITACHI, 2007](#)).

Conforme ([DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007](#)), a imagem formada a partir do sinal captado na varredura eletrônica de uma superfície pode apresentar diferentes características, uma vez que a imagem resulta da amplificação de um sinal obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra. Os sinais mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados.

- **Elétrons Secundários** - *secondary electron (SE)*

São elétrons de baixa energia resultantes da interação do feixe eletrônico com o material da amostra. Formam imagens de alta resolução, cujo contraste é obtido, sobretudo, pelo relevo da amostra, principal modo de formação de imagem no *MEV*.

- **Elétrons Retroespalhados - *backscattering electron (BSE)***

A maior parte do sinal de *BSE* possui energia próxima à dos elétrons primários e são resultantes de uma simples colisão elástica nas camadas mais superficiais da amostra. Não há muitas informações sobre profundidade em imagens adquiridas pela captação destes elétrons. As informações geradas em relação ao contraste por esses elétrons fornecem imagens topográficas (contraste em função do relevo) e imagens de composição (contraste em função do número atômico dos elementos presentes na amostra).

- **Catodoluminescência**

Quando materiais isolantes ou semicondutores são bombardeados pelo feixe de elétrons, fótons de grande comprimento de onda (ultravioleta e visível) são emitidos. O espectro obtido depende do material estudado e de sua pureza. Alguns materiais apresentam fluorescência na faixa de luz visível sob o bombardeio de elétrons, conforme ilustrado pelo fósforo dos tubos de raios catódicos. A radiação é, em muitos casos, uma função de níveis de impurezas dentro dos materiais e é muito utilizada em pesquisa de semicondutores e em muitas investigações mineralógicas.

- **Difração de Elétrons Retroespalhados - *Electron BackScatter Diffraction (EBSD)***

A técnica de *EBSD* permite a análise cristalográfica de um material, ou seja, a determinação da orientação cristalina pontualmente ou em áreas específicas. As figuras de difração são capturadas por uma tela de fósforo posicionada no interior da câmara de vácuo e conectada a uma *TV* ou câmara *CCD*. A imagem é processada e então comparada com padrões pré-estabelecidos. A largura das bandas formadas devido à difração está relacionada com a distância interplanar, e os ângulos entre as bandas correspondem ao ângulo entre os planos cristalinos.

O tamanho da área que está sendo observada depende do nível de ampliação. A *Tabela 1* mostra a porção da amostra sendo analisada sob diversos níveis de ampliação.

Tabela 1 – Área de ampliação na amostra.

Ampliação	10X	100X	1,000X	10,000X	100,000X	1,000,000X
Área da amostra	$(1cm)^2$	$(1mm)^2$	$(100\mu m)^2$	$(10\mu m)^2$	$(1\mu m)^2$	$(100nm)^2$

Fonte: Adaptada de ([GOLDSTEIN, 1992](#)).

A correta análise quantitativa de uma mostra depende predominantemente das condições experimentais ideais: a seleção da tensão correta do feixe, o diâmetro da sonda, a preparação da amostra, dentre outros, que determinam se a análise resultará satisfatória.

2.2.1 Contraste em Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura

A imagem no microscópio eletrônico de varredura (*MEV*) é obtida gravando o resultado da interação do feixe de elétrons com a amostra em uma série de pontos selecionados pela localização do feixe. A imagem gerada normalmente tem uma profundidade de 2^8 bit, o que nos dá 256 tons de cinza.

A composição do contraste nas imagens adquiridas pelo *MEV* através de elétrons retroespalhados é fortemente dependente do número atômico da fase ($\bar{Z}$ médio). O contraste, segundo (GOLDSTEIN, 1992), pode ser influenciado por uma mistura complexa das características da interação feixe-amostra, as propriedades da amostra, a natureza dos portadores do sinal e a posição, tamanho e resposta do detector. Podemos identificar três componentes diferentes de contraste:

Componente numérico: O componente numérico refere-se ao contraste que surge simplesmente como resultado de diferentes números de elétrons deixando a amostra em diferentes locais do feixe em resposta a alterações nas características da amostra nesses locais.

Componente de Trajetória: O componente da trajetória refere-se aos efeitos de contraste resultantes dos caminhos que os elétrons percorrem após deixar a amostra.

Componente de energia: O componente de energia surge quando o contraste é transportado por uma certa porção da distribuição de energia de elétrons retroespalhada. Normalmente, os elétrons retroespalhados de alta energia são os mais úteis para mecanismos de contraste de imagem.

Focou-se neste estudo na geração de imagens com baixa ampliação (até 10.000X). Para essas baixas ampliações, o tamanho do feixe e a propagação do sinal devido ao tamanho finito do volume de interação são tais que o sinal para cada pixel é gerado apenas a partir desse pixel, de modo que os pixels vizinhos são essencialmente independentes (GOLDSTEIN, 1992).

2.2.1.1 $\bar{Z}$ médio

O polinômio que define o $\bar{Z}$ médio de uma fase foi obtido por (REUTER, 1972) e está descrito na Equação (2.22), onde Z (Número atômico) é a quantidade de prótons

existentes no núcleo do átomo.

$$\eta = -0,0254 + 0,016Z - 1,86 \cdot 10^{-4}Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7}Z^3 \quad (2.22)$$

2.2.1.2 Cálculo do Coeficiente de Elétrons Retransmitidos

O coeficiente de elétrons retransmitidos de uma fase com vários elementos químicos (policristalina) é estimado usando as frações de massa (C_i) e valores de (η) para cada constituinte, e pode ser calculado utilizando a *Equação (2.23)* (GOLDSTEIN, 1992).

$$\eta = \sum_i C_i \eta_i \quad (2.23)$$

O exemplo a seguir mostra o cálculo da estimativa do coeficiente de elétrons retransmitidos do Óxido de Alumínio (Al_2O_3).

Dados:

- Número atômico do Alumínio: 13
- Número atômico do Oxigênio: 8
- Número de massa do Alumínio: 26.9815
- Número de massa do Oxigênio: 15.9994
- Fração de massa = Número de massa · quantidade de elementos
- Fração de massa do Alumínio: $(26.9815 \cdot 2 = 53.9630)$: 0.52925%
- Fração de massa do Oxigênio: $(15.9994 \cdot 3 = 47.9982)$: 0.47075%
- Massa total = 101.9612
- Coeficiente de retroespelhamento do Alumínio:
 $-0,0254 + 0,016 \cdot 13 - 1,86 \cdot 10^{-4} \cdot 13^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} \cdot 13^3 = 0.152990$
- Coeficiente de retroespelhamento do Oxigênio:
 $-0,0254 + 0,016 \cdot 8 - 1,86 \cdot 10^{-4} \cdot 8^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} \cdot 8^3 = 0.091121$
- Coeficiente de retroespelhamento da Fase:
 $(0.152990 \cdot 0.52925) + (0.091121 \cdot 0.47075) = \mathbf{0.124265}$

2.2.1.3 Contraste

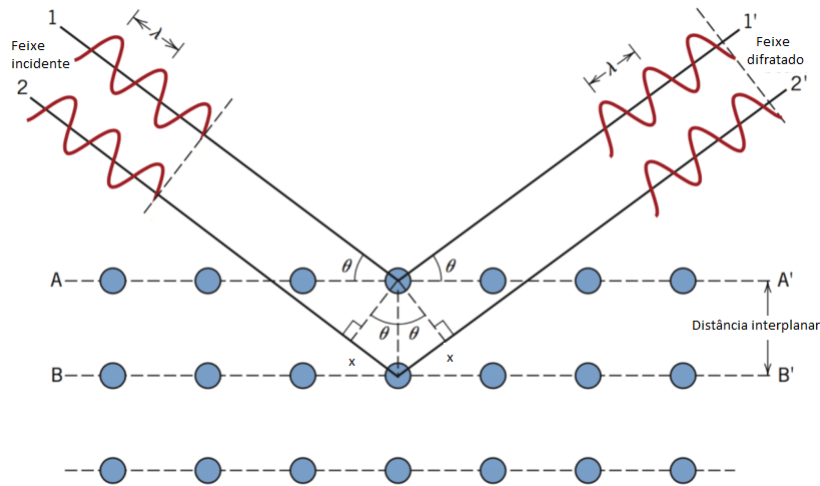
O contraste entre os constituintes pode ser calculado conforme a *Equação (2.24)*, proposta por (STUTZMAN, 2004).

$$C = \frac{(\eta_2 - \eta_1)}{\eta_2} \quad (2.24)$$

2.2.2 Difração de Raios X - X-Ray Diffraction (XRD)

Raios *X* são ondas eletromagnéticas com comprimento de onda (λ) muito pequeno, da ordem de 0,1 a 100 Å. A difração de raios *X* é um fenômeno que consiste no espalhamento coerente resultante da interação entre as ondas incidentes de um feixe monocromático de raios *X*, de comprimento de onda λ , com os elétrons dos átomos de um determinado material. As ondas eletromagnéticas, ao serem difratadas por planos de alta concentração atômica da amostra, levam a interferências destrutivas ou construtivas. Ao analisar estas interferências, as fases cristalinas do material podem ser identificadas. Medindo os ângulos e as intensidades dos feixes difratados, é possível produzir uma imagem tridimensional da densidade de elétrons dentro do cristal.

Figura 16 – Representação gráfica da Lei de Bragg na difração de raios *X*.



Fonte: adaptada de (CALLISTER; RETHWISCH, 2010).

As direções das reflexões produzidas pelas interferências construtivas podem ser definidas através da lei de Bragg, conforme a *Equação (2.25)*

$$\eta\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.25)$$

onde:

- η corresponde à ordem da difração;

- λ é o comprimento de onda característico do feixe de raios X ;
- d é a distância interplanar; e,
- θ é o ângulo do raio incidente com a superfície.

A [Figura 16](#) mostra uma representação gráfica da Lei de Bragg, onde podemos observar o feixe de raios incidentes, o ângulo θ do raio incidente com a superfície, x : a distância percorrida a mais pela onda em uma interferência construtiva e o feixe difratado.

Tendo examinado o método de aquisição de imagens utilizado neste estudo, a próxima seção dissertará sobre o material compósito concreto, do qual imagens de microscopia eletrônica de um agregado deste serão utilizadas em um estudo de caso.

2.3 O Concreto como Material Compósito

O concreto é conhecido como um material composto que consiste em um meio contínuo aglomerante, dentro do qual estão incrustados fragmentos ou partículas de agregados ([MEHTA; MONTEIRO, 2014](#)). Do ponto de vista da ciência dos materiais, é o material mais complexo produzido pela humanidade e possui características estruturais distintas, importantes e aleatórias em escalas de comprimento que variam de nanômetros a centenas de milímetros; possui muitas fases mineralógicas e seu comportamento é dependente do tempo. É constituído a partir de materiais naturais (cimento, água e agregados), cujas propriedades são bastante variáveis, e é sensível ao ambiente circundante, que obviamente varia drasticamente ao redor do mundo ([BULLARD et al., 2011](#)).

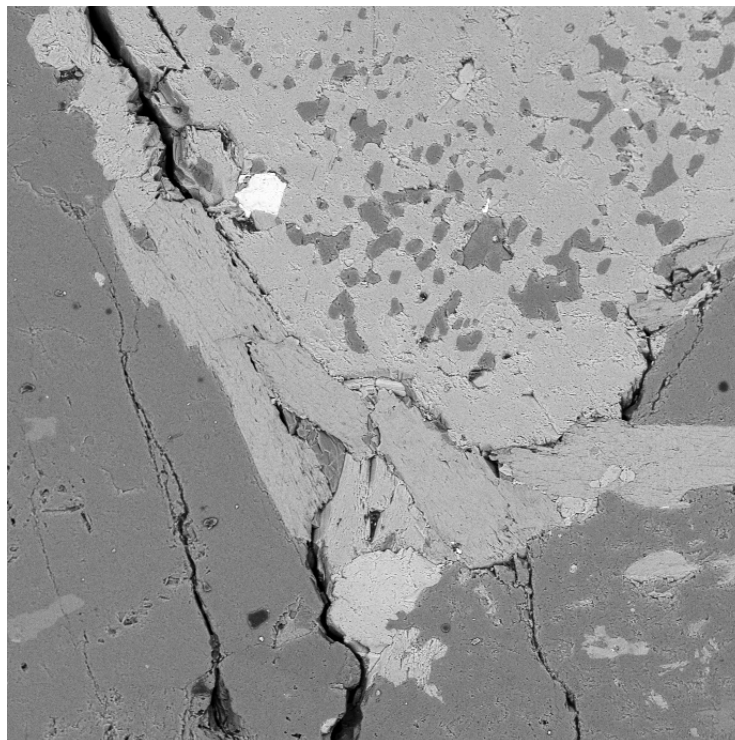
O cimento anidro é um pó cinza composto de partículas angulares com dimensões que variam normalmente de 1 a 50 μm . É produzido a partir da moagem do clínquer, seu principal componente, e uma pequena quantidade de sulfato de cálcio ([MEHTA; MONTEIRO, 2014](#)). Ao ser misturado com água formam uma pasta que pode ser facilmente moldada, que endurece gradativamente e produz uma massa compacta e de grande dureza.

O clínquer é a matéria prima básica do cimento Portland, sendo um material granular, resultante da calcinação de uma mistura adequada de calcário e argila e, eventualmente, de componentes corretivos. Os compostos metaestáveis do clínquer Portland podem ser subdivididos em três grupos distintos: os silicatos cálcicos (C_3S e C_2S), a fase intersticial (C_4AF , C_3A e $C_{12}A_7$), e o grupo dos componentes menos frequentes, como o periclásio, a cal livre e os sulfatos ([GOBBO, 2003](#)).

As propriedades dos materiais têm origem na sua microestrutura interna e, sendo assim, as propriedades do concreto podem ser modificadas fazendo certas alterações na sua microestrutura. O tipo, a quantidade, o tamanho, a forma e a distribuição das fases presentes em um sólido constituem a sua microestrutura. O termo microestrutura é usado

para a porção com grandeza microscópica da macroestrutura ([MEHTA; MONTEIRO, 2014](#)).

Figura 17 – Microestrutura de uma rocha utilizada como agregado do concreto.



Fonte: O próprio autor.

A [Figura 17](#) mostra a microestrutura de uma rocha utilizada como agregada do concreto vista através de um microscópio de varredura eletrônica. Através dela, pode-se visualizar os poros, os defeitos e as diferentes fases que compõem o agregado.

A durabilidade do concreto de cimento Portland é definida, de acordo com ([PERFORMANCE STANDARDS IN BUILDIN, 1984](#)), como a sua capacidade de resistir à ação das intempéries, ataques químicos, abrasão ou qualquer outro processo de deterioração. Ainda, segundo a ([ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2003](#)), durabilidade “consiste na capacidade da estrutura resistir às influências ambientais previstas e definidas em conjunto pelo autor do projeto estrutural e o contratante, no início dos trabalhos de elaboração do projeto.

O concreto deverá conservar a sua forma original, qualidade e capacidade de utilização, quando exposto a determinado meio ambiente e o conhecimento da durabilidade e dos métodos de previsão da vida útil das estruturas de concreto são fundamentais para auxiliar na previsão do comportamento do concreto em longo prazo, prevenir manifestações patológicas precoces nas estruturas e contribuir para a economia, sustentabilidade e durabilidade das estruturas ([MEDEIROS; ANDRADE; HELENE, 2011](#)).

As patologias - manifestações cuja ocorrência no ciclo de vida venha prejudicar o

desempenho esperado - afetam a durabilidade do concreto. Dentre as principais causas que levam a deterioração de uma estrutura são a corrosão de armadura, manchas superficiais, degradação química, flechas excessivas e as fissuras ativas e passivas ([LEVY, 2001](#)).

Em relação a degradação química do concreto, um aspecto importante a ser observado são os seus agregados. É necessária a análise mineralógica e química do material, para detectar a presença de contaminantes reativos no agregado, cujas reações químicas expansivas com os álcalis do cimento podem ser bastante danosas ao concreto.

2.3.1 Agregados do Concreto

O concreto pode apresentar certas limitações, especialmente no que diz respeito à aspectos relacionados a durabilidade e os agregados desempenham um papel importante, tanto nas suas características de desempenho, como em questões de durabilidade e ciclo de vida. ([COSTA, 2019](#)).

Os agregados são materiais granulares, sem volume ou forma definidos, com dimensões e propriedades estabelecidas, que junto do cimento e da água compõem o concreto. Dentre eles, podemos citar a pedra britada, o cascalho, as areias e as argilas.

De acordo com ([ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005](#)), norma que norteia a composição dos agregados para concreto, “os agregados devem ser compostos por grãos de minerais duros, compactos, estáveis, duráveis e limpos, e não devem conter substâncias de natureza e em quantidade que possam afetar a hidratação e o endurecimento do cimento, a proteção da armadura contra a corrosão, a durabilidade ou, quando for requerido, o aspecto visual externo do concreto”.

Os agregados miúdos (areias) são utilizados para a fabricação de argamassas para reboco, contrapiso, na fabricação de argamassas colantes e também nos concretos. Já os agregados graúdos são utilizados para a fabricação dos concretos. Define-se como agregado graúdo o pedregulho ou a brita proveniente de rochas estáveis, ou a mistura de ambos, cujos grãos passam pela peneira *ABNT* 152 mm e ficam retidos na peneira *ABNT* 4,8 mm ([ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005](#)).

2.3.1.1 Rochas

As rochas são os principais agregados do concreto e os granitos, dioritos e basaltos são as rochas mais utilizadas como agregados no Brasil.

Rocha é um material consolidado composto por um conjunto de minerais resultantes de um processo geológico determinado. Pode ser formada por um ou mais minerais, dispostos segundo as condições de temperatura e pressão existentes durante sua formação. Quanto à origem, as rochas se classificam em ígneas ou magmáticas, sedimentares e metamórficas ([LUZ; ALMEIDA, 2012](#)).

2.3.1.1.1 Ígneas ou Magmáticas

As rochas ígneas ou magmáticas originam-se da solidificação do magma e constituem formações geológicas altamente resistentes e com elevado nível de dureza. Estas rochas, segundo (BERTOLINO; PALERMO; BERTOLINO, 2012), podem ser subdivididas em dois tipos:

Intrusivas (plutônicas)

Formam-se no interior da terra, quando o magma penetra por entre as fissuras das rochas. O magma resfria lentamente, tornando as rochas mais duras e com formações cristalinas maiores e mais bem definidas. (exemplo: granito, sienito e gabro).

De uma maneira geral, as rochas plutônicas ácidas são compostas essencialmente por quartzo e feldspatos, e a coloração é clara. As rochas plutônicas básicas são em geral compostas por minerais ferromagnesianos (anfíbólios, olivinas, piroxênios e plagioclásios. Em geral, são rochas mais escuras e mais densas (BERTOLINO; PALERMO; BERTOLINO, 2012).

Extrusivas (vulcânicas)

São rochas formadas nas camadas mais altas ou na superfície da Terra. O magma solidifica-se muito mais rapidamente, formando rochas com granulação mais fina ou de textura vítrea. (Exemplo: basalto, riolito e andesito).

2.3.1.1.2 Sedimentares

As rochas sedimentares são formadas por partículas de sedimentos e de matéria orgânica que foram compactadas com o passar do tempo.

2.3.1.1.3 Metamórficas

As rochas metamórficas são formadas a partir da transformação de outras rochas já existentes, como rochas ígneas, sedimentares e até mesmo metamórficas. Estas rochas são submetidas a novas condições de pressão e temperatura, onde ocorrem modificações denominadas de metamorfismo, originando uma nova rocha. As modificações podem ser na sua composição química ou no aspecto visual e textura.

2.3.1.2 Controle Tecnológico das Rochas

A caracterização das rochas aplicadas como agregados de concreto tem como objetivo obter os parâmetros químicos, físicos, mecânicos e petrográficos, identificando possíveis problemas que podem no futuro reduzir a vida útil das estruturas.

A descrição petrográfica, segundo (BERTOLINO; PALERMO; BERTOLINO, 2012), fornece informações importantes sobre a sua composição mineralógica, textura, grau de fraturamento das rochas e grau de alteração dos minerais que a compõem. Os principais parâmetros utilizados na descrição petrográfica são: identificação dos minerais, análise quantitativa dos minerais (análise modal da rocha), textura e estruturas, granulometria, relação entre grãos e alteração de minerais.

Os equipamentos comumente utilizados para a descrição petrográfica são a lupa e o microscópio petrográfico, onde são observados a composição mineralógica, cor, granulometria, homogeneidade, estruturas, grau de fraturamento e grau de alteração das rochas. Já o microscópio eletrônico de varredura fornece análise química semi-quantitativa dos minerais.

2.3.2 Reação Álcali-agregado - RAA

A Reação Álcali-agregado (RAA) é um termo usado para se referir às reações expansivas internas que se desenvolvem entre os constituintes reativos dos agregados e os íons alcalinos e hidroxilas presentes na solução intersticial do concreto (COSTA, 2019).

A reatividade álcali-sílica no concreto é uma variedade particular de reação química dentro do tecido de um concreto, envolvendo hidróxidos alcalinos, geralmente derivados dos álcalis presentes no cimento usado, e formas reativas de sílica presentes nas partículas de agregados (POOLE, 1992).

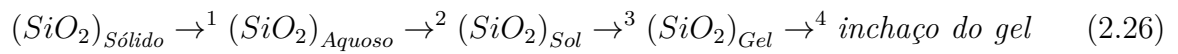
Durante o processo de hidratação, esta reação química gera um gel higroscópico expansivo, que incha com a absorção de umidade e pode induzir o desenvolvimento e propagação de microfraturas no concreto que, por sua vez, levam à expansão e ruptura da estrutura ou elemento de concreto afetado.

Segundo (POOLE, 1992), vários tipos de reações alcalino-carbonato foram relatadas e podem ser classificados nos seguintes grupos, principalmente de acordo com o tipo de borda de reação ou produtos de reação que eles produzem, sendo que apenas o último tipo de reação parece produzir expansão:

- Reações de carbonato com calcários calcíticos. Desenvolvimento de aros de reação escura dentro da margem das partículas agregadas de calcário.
- Reações envolvendo agregados de calcário dolomítico caracterizados por distintas bordas de reação dentro do agregado.

- Reações envolvendo agregado de calcário dolomítico de granulação fina que contém calcita intersticial e argila. A reação com álcalis produz um borda desdolomitizada distinta.

O dano da Reação Álcali-sílica é resultado de uma série de reações sequenciais, incluindo: (1) dissolução de sílica metaestável, (2) formação de nano-coloidal sol de sílica, (3) gelificação do sol e (4) dilatação do gel (*Equação (2.26)*). Alternativamente, um sólido altamente degradado (SiO_2) pode se transformar diretamente em gel (SiO_2), desde que a reticulação suficiente, mas não excessiva, seja mantida entre as cadeias de sílica ([RAJABIPOUR et al., 2015](#)).



3 TRABALHOS RELACIONADOS

Neste capítulo faz-se um levantamento de alguns trabalhos relacionados na literatura, que incluem concreto e seus agregados, microscopia eletrônica de varredura, difração de raio X, processamento digital de imagens, reconhecimento de padrões, heurísticas e meta-heurísticas aplicadas à clusterização e classificação e extração de características em imagens, assuntos relacionados ao estudo das técnicas de análise de imagens microscópicas no entendimento de caracterização microestrutural de materiais. Os trabalhos, com uma pequena descrição, estão relacionados a seguir:

([POOLE, 1992](#)) fez uma introdução à reação álcali-agregado (*RAA*), apresentando e definindo a natureza das reações álcali-agregado em concretos.

([GOBBO, 2003](#)) teve enfoque na aplicação da difração de raios-X (*DRX*) na caracterização e quantificação dos compostos cristalinos do clínquer de cimento Portland, através do método de *Rietveld*. Utilizou amostras de clínquer provenientes de diferentes unidades fabris, visando ampla representatividade do material de estudo.

([BULLARD et al., 2011](#)) utilizaram supercomputadores para desenvolver modelos científicos avançados com capacidade de prever o desempenho do concreto e realizar a visualização 3-D dos modelos de cimento e concreto.

([BERTOLINO; PALERMO; BERTOLINO, 2012](#)) estudaram a geologia dos materiais rochosos utilizados na construção civil na forma granular (agregados). Descreveram os tipos de rocha Ígneas ou Magmáticas, Sedimentares e Metamórficas, bem como uma descrição dos parâmetros petrográficos.

([MEHTA; MONTEIRO, 2014](#)) traz os avanços na tecnologia do concreto e propõe, em profundidade, detalhes científicos sobre o concreto – o material estrutural mais amplamente utilizado. Discute intensamente a microestrutura e as propriedades do concreto endurecido; seus materiais constituintes; produção do concreto e avanços recentes na sua tecnologia, incluindo ensaios mecânicos e não destrutivos.

([RAJABIPOUR et al., 2015](#)) pretendem resumir o estado atual de compreensão e as lacunas de conhecimento existentes no que diz respeito aos mecanismos de reação e os papéis das propriedades agregadas (por exemplo, composição, mineralogia, tamanho e características de superfície), composição da solução de poros (pH, álcalis, cálcio, alumínio) e as condições de exposição (temperatura, umidade) na taxa e magnitude da Reação Álcali-sílica (*RAS*). Além disso, é discutido o estado atual da modelagem por computador como uma alternativa ou suplemento aos testes físicos para previsão do desempenho do *RAS*.

(ALMEIDA, 2017) mostra informações sobre a geologia dos materiais rochosos utilizados na construção civil na forma granular.

(COSTA, 2019) avaliou o potencial da determinação da tenacidade à fratura em rochas através de Microdureza *Vickers*, como ferramenta laboratorial para avaliação do potencial reativo de agregados graúdos frente a susceptibilidade a *RAA*. Utilizou técnicas de micromecânica e não destrutivas, analisando como a dureza da rocha e a sua tenacidade à fratura influenciam no processo de *RAA* e correlacionou suas características químicas com o padrão de dureza e propagação de trincas. Foram realizados ensaios, avaliando a composição elementar e as fases cristalinas, utilizando as técnicas de fluorescência de raios-x (*FRX*) e difração de raios X (*DRX*). Também foram avaliados os padrões de dureza (*HV*) e tenacidade a fratura (*K1C*), utilizando ensaio não destrutivo de ultrassom e de Microdureza *Vickers*.

A Tabela 2 apresenta um resumo dos principais trabalhos encontradas na literatura sobre os agregados e reação álcali-agregado do concreto.

Tabela 2 – Principais abordagens da literatura sobre os agregados do concreto.

Trabalho / Ano	Abordagem
(COSTA, 2019)	Avaliação dos agregados graúdos sujeitos a <i>RAA</i>
(ALMEIDA, 2017)	Geologia dos agregados
(RAJABIPOUR et al., 2015)	Reação Álcali-sílica (<i>RAS</i>)
(MEHTA; MONTEIRO, 2014)	Microestrutura do concreto
(BERTOLINO; PALERMO; BERTOLINO, 2012)	Geologia dos agregados
(BULLARD et al., 2011)	Modelos científicos para concreto
(GOBBO, 2003)	Caracterização do clínquer
(POOLE, 1992)	Reação álcali-agregado (<i>RAA</i>)

(CAMPBELL, 1999) tem como objetivos descrever os métodos de preparação de amostras para estudo microscópico e recomendar o uso de certos métodos de análise e técnicas microquímicas, descrever as fases comuns do clínquer de cimento portland e apresentar um conjunto de observações microscópicas com as correspondentes interpretações genéticas.

(GOLDSTEIN, 1992) faz uma análise detalhada da microscopia eletrônica de varredura e da microanálise por raios-X.

(MOURET; RINGOT; BASCOUL, 2001) apresentaram um estudo para determinar o nível ideal de ampliação das imagens de microscopia eletrônica para avaliar o estado de hidratação de materiais à base de cimento. Utilizaram ampliações de 100X, 200X, 400X, 600X e 1000X. Os resultados mostraram que a ampliação em 200X é suficiente para atingir o objetivo.

([STUTZMAN, 2004](#)) usou o microscópio eletrônico de varredura (*MEV*) com microanálise por raios X para estudar clínquer e cimentos. Através da técnica, mediu a abundância da fase e as áreas de superfície das fases, bem como a química a granel das fases constituintes. O autor concluiu que a utilização do *MEV* de elétrons retro-espalhados, combinado com imagens de raios X, fornece uma base para uma avaliação quantitativa das fases do cimento Portland.

([DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007](#)) apresentam um guia específico para a preparação de materiais metálicos, poliméricos e de materiais semicondutores para microscopia eletrônica de varredura, como uma ferramenta auxiliar na busca de respostas úteis para caracterização microestrutural.

([CALLISTER; RETHWISCH, 2010](#)) fazem uma análise detalhada sobre exame microscópico e interpretações do cimento Portland e do clínquer, com informações sobre características microscópicas das fases do clínquer e descrição de seus principais componentes e descreve uma interpretação microscópica detalhada do clínquer.

([STUTZMAN; FENG; BULLARD, 2016](#)) descrevem como o *X-ray powder diffraction* (*XRD*) e o *scanning electron microscopy with X-ray microanalysis* (*SEM/XMA*) podem ser usados juntos para estabelecer e validar a composição e a microestrutura da fase de cimento Portland. É dada ênfase particular aos procedimentos passo a passo e às melhores práticas para a preparação de amostras de *XRD*, coleta de dados e interpretação. A [Tabela 3](#), mostra um resumo dos trabalhos sobre microscopia eletrônica de varredura (*MEV*) e difração de raio X (*DRX*).

Tabela 3 – Principais abordagens da literatura sobre microscopia eletrônica de varredura e difração de raio X.

Trabalho / Ano	Abordagem
(STUTZMAN; FENG; BULLARD, 2016)	Interpretação de imagens geradas por <i>XRD</i> e <i>SEM/XMA</i>
(CALLISTER; RETHWISCH, 2010)	Análise de imagens microscópica de clínquer
(DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)	Preparação de amostras para o <i>MEV</i>
(STUTZMAN, 2004)	Avaliação quantitativa de imagens do <i>MEV</i>
(MOURET; RINGOT; BASCOUL, 2001)	Nível de ampliação de imagens do <i>MEV</i>
(CAMPBELL, 1999)	Preparação de amostras e análise das imagens <i>MEV</i>
(GOLDSTEIN, 1992)	Análise detalhada de imagens do <i>XRD</i> e <i>SEM/XMA</i>

([MCCULLOCH; PITTS, 1943](#)) fizeram uma analogia entre células nervosas vivas

e o processo eletrônico, simulando o comportamento do neurônio natural. O trabalho consistia em um modelo de resistores variáveis e amplificadores representando conexões sinápticas de um neurônio biológico.

([GARBOCZI; BENTZ; MARTYS, 1999](#)) descreve como as imagens digitais de materiais porosos podem ser analisadas para fornecer informações sobre a estrutura e as propriedades do material e as várias maneiras pelas quais os modelos baseados em imagem digital em 3D podem ser gerado para ajudar a entender materiais porosos reais.

([MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999](#)) Descrevem várias técnicas de processamento de imagens digitais (monocromáticas e estáticas) e técnicas de compressão de imagens coloridas e sequências de vídeo.

([SANKUR; SEZGIN, 2001](#)) realizaram um levantamento sobre os métodos de limiarização de imagem com o objetivo de categorizá-los, expressá-los sob uma notação uniforme, indicando suas diferenças ou semelhanças e como base para comparação de desempenho. Os métodos foram divididos em seis grupos: métodos baseados em formas de histograma, métodos baseados em *clusters*, métodos baseados em entropia, métodos baseados em atributo de objeto, métodos espaciais e métodos locais. No total, 44 métodos de imagem binária são resumidos.

([WONG; HEAD; BUENFELD, 2006](#)) apresentaram uma técnica para segmentar poros a partir de uma imagem normal de elétron retro-espalhado (*BSE*) de materiais à base de cimento. O nível superior de cinza do limite de porosidade é determinado a partir do ponto de inflexão do histograma de brilho cumulativo da imagem da *BSE*. Isso representa um ponto crítico em que um pequeno valor incremental de cinza causará um aumento repentino na área de limiar, uma condição denominada transbordamento. Segundo os autores, a técnica proposta é mais consistente e confiável do que os métodos existentes.

([WU; MERCHANT; CASTLEMAN, 2008](#)) apresentam uma perspectiva prática de processamento de imagem de microscópio de última geração e o desenvolvimento de algoritmos especializados. Fornecem uma referência sobre a teoria, técnica e aplicações sobre o processamento digital de imagens em microscopia e contém uma análise aprofundada de métodos juntamente com os resultados de experimentos específicos do mundo real.

([DIETTERICH et al., 2010](#)) apresentam uma introdução legível e concisa ao aprendizado de máquina, que reflete essas diversas linhas de pesquisa e fornece um tratamento unificado do campo. O livro aborda todas as principais formulações de problemas e apresenta os algoritmos e técnicas mais importantes que abrangem métodos da ciência da computação, computação neural, teoria da informação e estatística.

([GONZALEZ; WOODS, 2010](#)) tem como principais objetivos apresentar uma introdução às metodologias e aos conceitos básicos do processamento digital de imagens e desenvolver bases para estudos e pesquisas posteriores na área.

(KÖRBES, 2010) realizou uma análise sistemática da literatura de catorze algoritmos da técnica morfológica de segmentação de imagens transformada *watershed*. A compilação das informações sobre os algoritmos permitiu generalizá-los e classificá-los, baseado em paradigmas clássicos da computação (busca em largura e em profundidade).

(SANTOS et al., 2014) apresentam um protótipo para a análise de imagens por computador, aplicado a micrografias por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retro-espalhados. A determinação do limiar é realizada por meio da máxima entropia apresentada por pixels na região a ser segmentada. Ensaios físicos foram realizados em amostras de concreto contendo rejeitos particulados de tijolos, caracterizando-os quanto a resistência à compressão e microestrutura. Micrografias de pontos de cada amostra foram submetidas à análise computacional de imagem se extraindo características microestruturais da resistência do concreto. Os ensaios físicos resultantes foram comparados com as análises por computador.

(BARRAH; CHERKAoui; SARSRI, 2016) propuseram um novo fator que inclui as informações espaciais locais e o nível de cinza para solucionar um problema que existe em quase todas as extensões do algoritmo *FCM* (*fuzzy c-mean*): requerer o ajuste de pelo menos um parâmetro que depende da própria imagem. Os autores desenvolveram três extensões do algoritmo *FCM* que comprovaram sua eficiência em imagens sintéticas e reais, totalmente livre de parâmetros empíricos e independentes do tipo de ruído.

(QUEIROGA, 2017) propôs uma abordagem baseada na meta-heurística *Continuous Greedy Randomized Adaptive Search Procedure* (*C-GRASP*) para resolução do problema de clusterização particional de dados baseados em centros de *cluster*. Na segmentação de imagens, utilizou uma abordagem baseada em *Quantum-behaved Particle Swarm Optimization* (*QPSO*) para encontrar os limiares que maximizam a variância entre os segmentos e uma busca local baseada em *Variable Neighborhood Descent* (*VND*) foi proposta para acelerar a convergência da busca pelos limiares. Propôs, também, uma aplicação específica de segmentação de imagens de microscopia eletrônica para análise microestrutural de materiais cimentícios e utilizou algoritmos em grafos para detecção de trincas e extração de características de interesse.

(SILVA; SPATTI; FLAUZINO, 2019) descrevem o que são redes neurais artificiais, para que servem, por que usar redes neurais artificiais, quais são as suas potencialidades de aplicações práticas e quais tipos de problemas podem solucionar e apresentam ilustrações, ricamente detalhadas, que auxiliam na compreensão dos fundamentos teóricos associados com as redes neurais artificiais.

Na Tabela 4, tem-se o resumo sobre o processamento digital de imagens.

Tabela 4 – Principais abordagens da literatura sobre processamento digital de imagens.

Trabalho / Ano	Abordagem
(SILVA; SPATTI; FLAUZINO, 2019)	Redes neurais artificiais
(QUEIROGA, 2017)	Clusterização baseada em <i>C-GRASP</i>
(BARRAH; CHERKAoui; SARSRI, 2016)	Algoritmo <i>FCM</i> (<i>fuzzy c-mean</i>)
(ZHENG; HRYCIW, 2015)	Reconhecimento de padrões
(SANTOS et al., 2014)	Análise de imagens do <i>MEV</i>
(SANTOS et al., 2014)	Identificação de porosidade
(DIETTERICH et al., 2010)	Aprendizado de máquinas
(KÖRBES, 2010)	Algoritmos de segmentação de imagens transformada <i>watershed</i>
(GONZALEZ; WOODS, 2010)	Conceitos de processamento digital
(WU; MERCHANT; CASTLEMAN, 2008)	Processamento de imagem
(WONG; HEAD; BUENFELD, 2006)	Técnica de segmentação de poros em imagens <i>MEV</i>
(SANKUR; SEZGIN, 2001)	Métodos de limiarização de imagens
(GARBOCZI; BENTZ; MARTYS, 1999)	Imagens digitais de materiais porosos
(MARQUES FILHO; VIEIRA NETO, 1999)	Processamento digital de imagens
(MCCULLOCH; PITTS, 1943)	Redes neurais

(SHANNON, 1948) introduziu os conceitos primordiais que deram origem à teoria da informação, entre eles a entropia da informação e a capacidade de canal. Desenvolveu um modelo teórico para o problema da comunicação, envolvendo a transmissão de mensagens digitais.

(HARALICK; SHANMUGAM; DINSTEN, 1973) utilizaram uma matriz de co-ocorrência com a finalidade de extrair atributos (o padrão de textura) de uma imagem.

(MATTOS; VEIGA, 2002) apresentaram em uma implementação computacional eficiente dos princípios de entropia *MaxEnt* e *MinxEnt* aplicados no caso de restrições lineares com verificação prévia de existência de solução dos problemas de otimização, que envolvem a otimização condicionada de medidas de entropia, funções estas que são intrinsecamente não-lineares de probabilidades. Os autores também disponibilizam rotinas desenvolvidas em linguagem MatLab.

(ZUPANIČ; BONČINA; MARKOLI, 2010) calcularam o chamado *contraste Z*, que surge devido a diferentes coeficientes de retroespalhamento de elétrons de diferentes fases, possível quando as composições das fases são conhecidas. Segundo o autor, esta contribuição investiga possibilidades de como estimar o conteúdo em uma fase rica de *Be* (Berílio), combinando os resultados da *EDS*, análise de imagens de elétrons retro-espalhados e cálculos dos coeficientes de retroespalhamento.

(ASSIRATI, 2014) fez um estudo do uso da entropia como ferramenta para o

reconhecimento de padrões em imagens, utilizando diversas variantes do conceito de entropia e realizou um estudo comparativo entre elas.

(ZHENG; HRYCIW, 2015) apresentaram um artigo onde analisaram esfericidade, redondeza e rugosidade da superfície do solo por geometria computacional. Descreveram métodos numéricos baseados em geometria computacional para determinar com precisão os valores tradicionais de imagens bidimensionais de partículas. Métodos estatísticos, incluindo regressão ponderada localmente e validação cruzada de dobra em *K-fold cross-validation*, foram utilizados para discretizar uma superfície média de partículas e, assim, quantificar e remover a rugosidade.

(SOUSA, 2016) implementou a técnica de análise dos padrões de *Speckle* no contexto do estudo da dinâmica das reações que ocorrem durante o processo de hidratação do cimento e foi desenvolvido um dispositivo que permitisse a realização dos ensaios. Conforme o autor, foi possível constatar a sensibilidade da técnica em enxergar a ocorrência dos processos dinâmicos nas superfícies das pastas de cimento, distinguir o comportamento dos diferentes tipos de cimento e perceber a influência da presença de agentes químicos no sistema.

A Tabela 5 mostra o resumo sobre reconhecimento de padrões.

Tabela 5 – Principais abordagens da literatura sobre reconhecimento de padrões.

Trabalho / Ano	Abordagem
(SOUSA, 2016)	<i>Speckle</i>
(ZHENG; HRYCIW, 2015)	Métodos numéricos
(ASSIRATI, 2014)	Entropia
(ZUPANIČ; BONČINA; MARKOLI, 2010)	Cálculo do <i>contraste Z</i>
(MATTOS; VEIGA, 2002)	Entropia <i>MaxEnt</i> e <i>MinxEnt</i>
(SHANNON, 1948)	<i>Entropia</i>

4 METODOLOGIA

Para auxiliar na obtenção de análises quantitativas em materiais policristalinos a partir de imagens de microscopia eletrônica de varredura em modo retroespalhado e para determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes, bem como suas composições, foram desenvolvidos os seguintes algoritmos:

- Algoritmo para estimativa dos tons de cinza das fases.
- Algoritmo para segmentação das fases.
- Algoritmo para cálculo da entropia e sua visualização em gráficos.
- Algoritmo para cálculo de uma matriz de coocorrência e seus respectivos gráficos.
- Algoritmo para cálculo do tom médio de uma imagem.
- Algoritmo para geração de imagens padrão.

Para a validação das rotinas, no caso da estimativa dos tons de cinza, foram comparados os resultados obtidos com o algoritmo com os valores de imagens reais de microscopia eletrônica.

4.1 Ambiente de Desenvolvimento

Os testes foram realizados utilizando um computador com processador Intel (R) Core (TM) i7 3610QM @ 2.30 GHz com 4 núcleos, 8 GB memória RAM, HD 1 TB.

O algoritmo foi codificado usando a linguagem de programação MatLab versão R2020b sendo executado no sistema operacional Windows 10.

Para demonstrar a eficiência do algoritmo foram realizados experimentos utilizando imagens adquiridas através dos seguintes Microscópios de Varredura Eletrônica, ambos do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba:

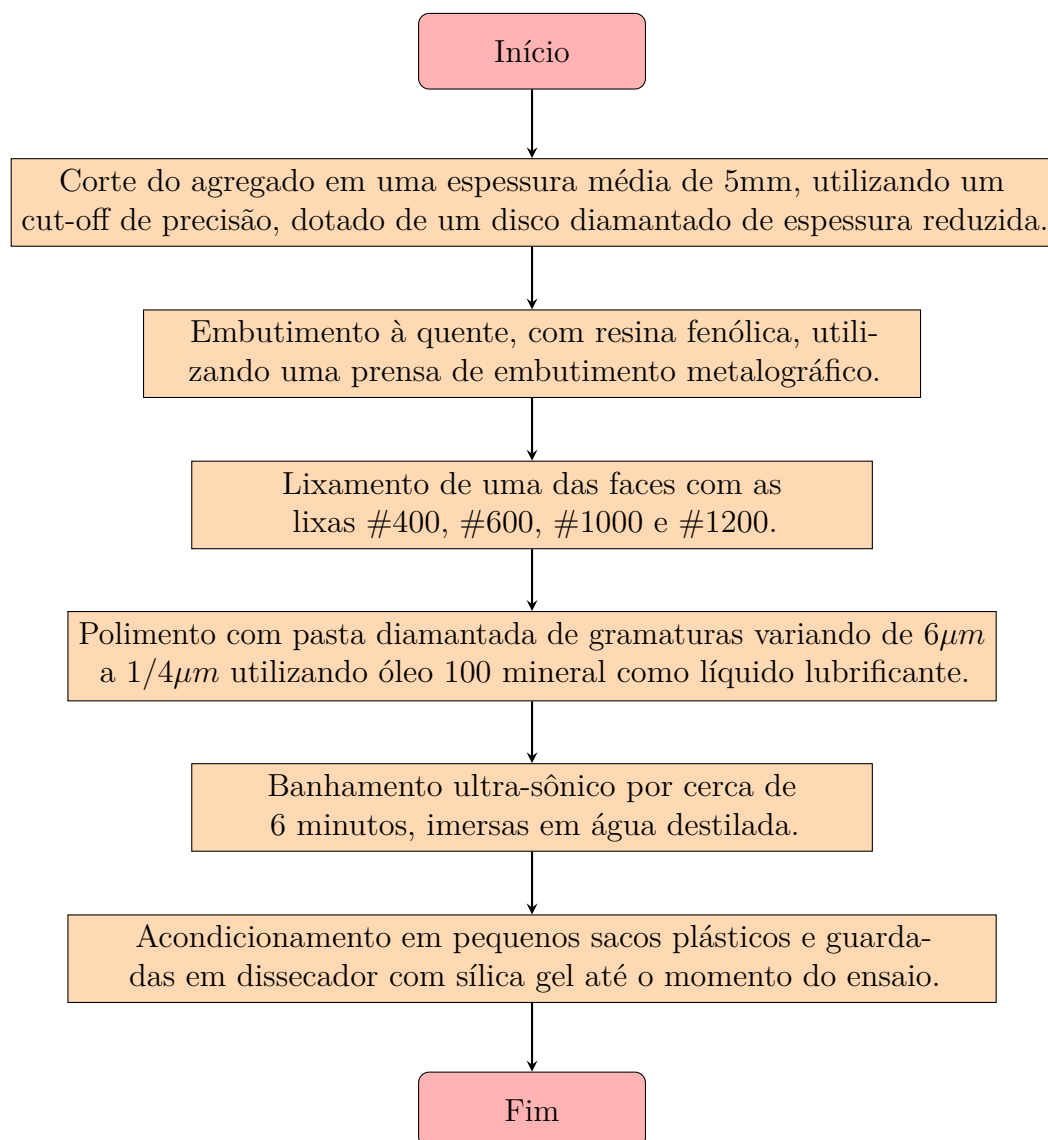
- QUANTA FEI 450, equipado com *EDS* Bruker Xflash Detector 630, do Laboratório de Tecnologia de Novos Materiais - TECNOMAT, do Departamento de Engenharia de Materiais.
- Zeiss LEO 1430, do Laboratório de Solidificação Rápida - *LSR*, do Departamento de Engenharia Mecânica.

4.2 Amostras

4.2.1 Preparação das Amostras de Rochas

Diversas amostras de rochas comumente utilizadas como agregados do concreto na Paraíba foram preparadas para a realização de imagens de microscopia eletrônica, servindo de base para um estudo de caso. O fluxograma da *Figura 18* apresenta o processo ao qual as amostras passaram para serem utilizadas nos equipamentos de imagem e medições. Estes procedimentos garantem o perfeito paralelismo e remoção das impurezas em uma das faces, de modo a impedir contaminações e garantir uma superfície final completamente limpa. As amostras de rochas utilizadas foram as mesmas utilizadas no trabalho de (COSTA, 2019).

Figura 18 – Fases da preparação das mostras.



Fonte: Adaptado de (COSTA, 2019).

4.2.2 Gabarito Padrão

Foi também utilizada uma amostra padrão, contendo diversas fases, algumas com elementos químicos puros e outras de materiais policristalinos. A *Tabela 6* apresenta composição das fases do gabarito padrão e a imagem da *Figura 19* mostra a disposição dos elementos e o número de referência da amostra gabarito da Brunker TM.

Tabela 6 – Composição das fases do gabarito padrão.

1	<i>Be</i>	2	<i>B</i>	3	<i>BN</i>	4	<i>C</i>	5	<i>Albite</i>
6	<i>NaCl</i>	7	<i>MgO</i>	8	<i>Al₂O₃</i>	9	<i>Si</i>	10	<i>SiN₄</i>
11	<i>SiO₂</i>	12	<i>SiC</i>	13	<i>KBr</i>	14	<i>Orthoclase</i>	15	<i>CaF₂</i>
16	<i>Wollastonite</i>	17	<i>Sc</i>	18	<i>Ti</i>	19	<i>V</i>	20	<i>Cr</i>
21	<i>Mn</i>	22	<i>Fe</i>	23	<i>Pyrite</i>	24	<i>Co</i>	25	<i>Ni</i>
26	<i>Cu</i>	27	<i>Zn</i>	28	<i>GaP</i>	29	<i>Ge</i>	30	<i>Se</i>
31	<i>SrF₂</i>	32	<i>Y</i>	33	<i>Zr</i>	34	<i>Nb</i>	35	<i>Mo</i>
36	<i>Rh</i>	37	<i>Pd</i>	38	<i>Ag</i>	39	<i>Cd</i>	40	<i>InAs</i>
41	<i>Sn</i>	42	<i>Sb</i>	43	<i>BaF₂</i>	44	<i>LaB₆</i>	45	<i>CeO₂</i>
46	<i>Hf</i>	47	<i>Ta</i>	48	<i>W</i>	49	<i>Re</i>	50	<i>Ir</i>
51	<i>Pt</i>	52	<i>Au</i>	53	<i>HgTe</i>	54	<i>PbTe</i>	55	<i>Bi</i>

Figura 19 – Disposição dos compostos na amostra gabarito.



Fonte: BrunkerTM.

4.3 Obtenção das Imagens

As imagens de microscopia eletrônica, salvo exceções indicadas explicitamente no texto, foram obtidas na forma descrita nesta seção.

O espécime é colocado na câmara *SEM* e as imagens são coletadas para os elétrons retroespalhados e os elementos selecionados. A tensão de aceleração típica utilizada para a obtenção das imagens foi de $20kV$, a distância de trabalho (*WD*) foi de $15mm$ e o tamanho da abertura foi de $50\mu m$.

As imagens obtidas apresentam variações de tons de cinza com profundidade de oito bits, onde as intensidades de brilho compreendem valores que variam de 0 a 255, representando uma faixa de 256 intensidades de cinza. O pixel 0 representa a cor branca e o pixel 255 representa a cor preta.

As configurações de brilho e contraste são ajustadas de modo que os constituintes mais brilhantes estejam no nível do pico branco-cinza, e os componentes mais escuros estejam próximos do preto.

A ampliação da imagem em 200X fornece uma resolução de 1022 pixels por 690 pixels de tamanho. Segundo estudos de (MOURET; RINGOT; BASCOUL, 2001), não há diferenças significativas no resultado das análises de imagens para a caracterização da hidratação do cimento no concreto com esta ampliação e ampliações maiores. Por analogia, esta foi a ampliação da maioria das imagens que serão utilizadas neste trabalho. A *Tabela 7* mostra as principais características da imagem obtida.

Tabela 7 – Características das imagens obtidas no MEV.

Sinal	Ampliação	Resolução	Tensão	WD	Abertura
BSD	200X	1022X690	20KV	15mm	50 μm

Tendo em vista as características dos algoritmos utilizados, em especial o de coocorrência, a imagem que será analisada passará por um pré-processamento, onde será recortada para ficar em formato quadrado, com uma resolução de 690×690 pixels.

5 TÉCNICAS MATEMÁTICAS E ALGORITMOS

Neste capítulo, são descritos os modelos matemáticos e a programação dos algoritmos implementados para análise das imagens no entendimento de caracterização microestrutural de materiais: identificação dos tons de cinza das fases, segmentação das fases e algoritmos de dispersão (entropia e matriz de coocorrência). Também foram criados dois algoritmos auxiliares para suporte na validação dos métodos: geração de imagens de *benchmark* e cálculo do tom médio presente em uma imagem.

5.1 Identificação dos Tons de Cinza das Fases

A identificação de fases em imagens de microscopia eletrônica é um processo complexo. Uma determinada fase não apresenta apenas um tom de cinza, mas sim ocupa uma faixa no espectro. Um dos motivos disto acontecer é devido a maneira como as imagens são formadas. Quando o pixel é formado nas bordas, por exemplo, o contraste entre os constituintes é formado levando em conta as duas fases, conforme podemos ver na *Equação (2.24)*.

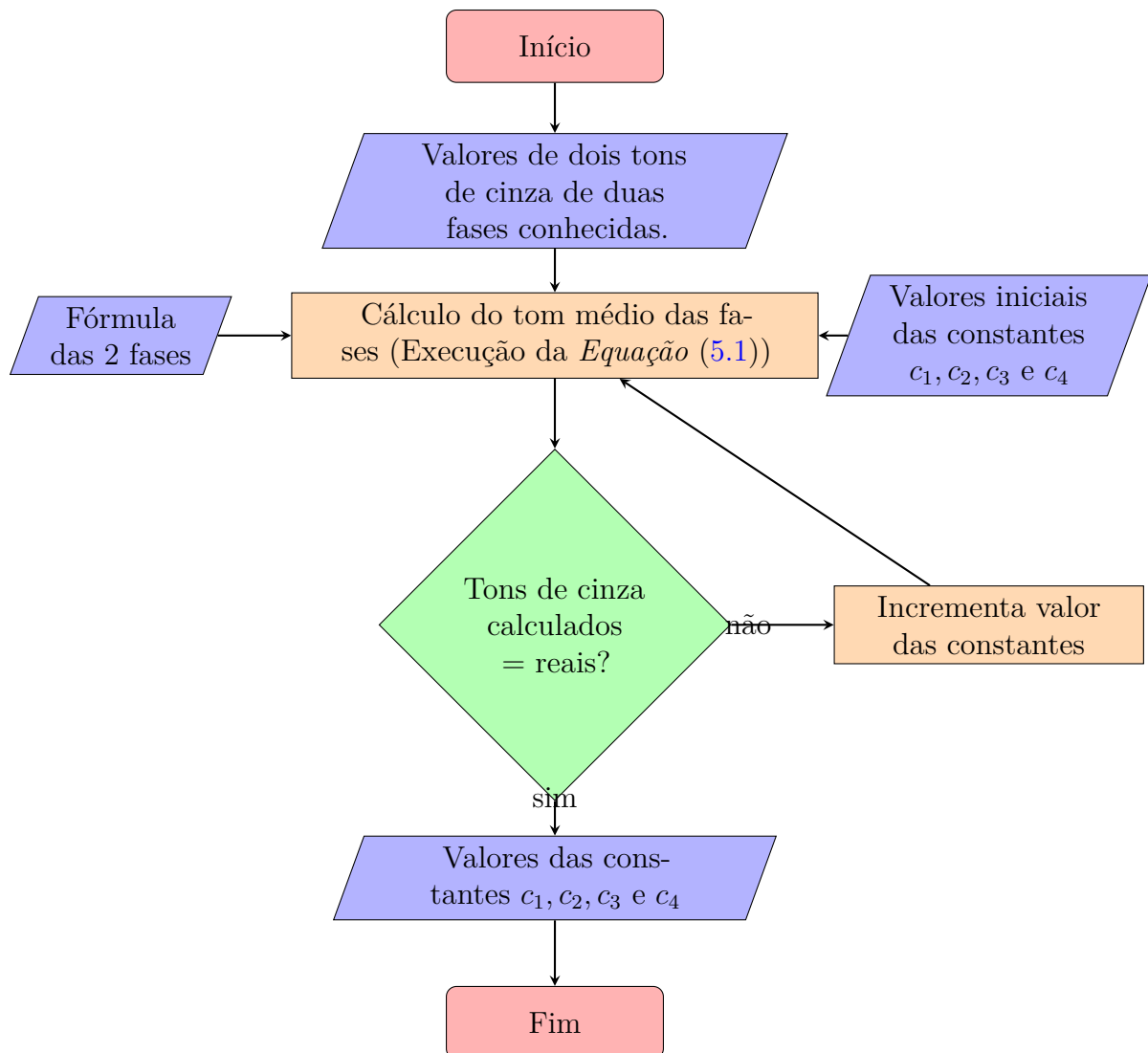
A proposta apresentada para a identificação de um constituinte através da tonalidade presente em uma imagem de *MEV* consiste em utilizar o polinômio que estima o coeficiente de elétrons retransmitido utilizando o $\bar{Z}$ médio - *Equação (2.22)* - e, na sequência, calcular o seu respectivo tom de cinza central. Para isto, está sendo proposto um novo polinômio - *Equação (5.1)* - que computará os tons de cinza de cada uma das fases acrescentando quatro constantes (c_1 , c_2 , c_3 e c_4) ao polinômio da *Equação (2.22)*.

$$\eta = -c_1 * 0,0254 + c_2 * 0,016Z - c_3 * 1,86 * 10^{-4}Z^2 + c_4 * 8,3 * 10^{-7}Z^3 \quad (5.1)$$

Para determinar o valor das constantes c_1 , c_2 , c_3 e c_4 foi implementado um algoritmo que calcula o tom médio de cada uma das fases. O processo é realizado apenas uma vez e funciona adequadamente para qualquer fase, desde que mantidas as mesmas configurações do *MEV*, como valores de tensão do feixe, *WD* e abertura. O fluxograma da *Figura 20* detalha a execução desta calibração, que tem como entrada os valores de dois tons de cinza e a composição química destes.

O algoritmo segue a seguinte sequência:

Figura 20 – Calibração do sistema.



Fonte: O próprio autor.

1. Ler a tabela pre-definida com as informações dos elementos químicos (tabela periódica);
2. Informar ao sistema a composição química de duas fases conhecidas e seus respectivos valores do tom de cinza;
3. Quatro laços são iniciados, cada um responsável pelo teste de uma das constantes (c_1 , c_2 , c_3 e c_4). Os valores de cada uma das variáveis, que determinarão o valor das constantes, variam o valor 900 a -900 , com passos de -1 ;
4. A cada iteração, o valor dos tons de cinza computados são comparados com os informados ao sistema. O algoritmo é interrompido quando os resultados da execução do polinômio encontrar os valores corretos de c_1 , c_2 , c_3 e c_4 para solucionar o problema, ou seja, encontrar os dois tons de cinza informados com os mesmos valores para as quatro constantes.

O pseudocódigo do *Algoritmo 2* mostra cada etapa do processamento. O algoritmo inicia carregando tabelas com informações pre-definidas: Número atômico e número de massa dos elementos químicos (tabela periódica) e a lista das fórmulas de duas fases do material a ser analisado. Os tons de cinza centrais das duas fases também são informados ao sistema. Na linha 1 é realizado o cálculo da massa total de cada fase ($mt(i)$) de acordo com a Eq. (5.2), onde n é a quantidade de elementos da fase, M_i é o número atômico do i -ésimo elemento e E_i é a quantidade do elemento i na fórmula.

$$mt = \sum_{i=1}^n M_i * E_i \quad (5.2)$$

As linhas 2 a 6 calculam a fração de massa $F(i, j)$ correspondente a cada elemento químico da fase, onde n é a quantidade de elementos da fase e $Z(e(i, j))$ é o número atômico do i -ésimo elemento na fórmula;

As linhas 7 a 27 fazem o ajuste das quatro variáveis que encontrarão os valores das constantes. Cada laço *for* iniciados nas linhas 7, 8, 9 e 10 alteram os valores das variáveis c_1 , c_2 , c_3 e c_4 , respectivamente.

A cada iteração, o laço das linhas 13 a 23 executa o cálculo do polinômio com os dados informados para cada uma das duas fases e armazena o resultado nas variáveis tom e tom_1 . As linhas 20 a 22 verificam se o valor encontrado corresponde ao tom de cinza das fases. Caso sejam coincidentes, os valores atuais de c_1 , c_2 , c_3 e c_4 são a solução do problema e o algoritmo é encerrado.

Com a escolha das constantes e de conhecimento da fórmula química é possível calcular o nível de cinza médio de qualquer fase. Este procedimento funciona adequadamente quando não há variação de brilho e contraste definido pelo operador do *MEV*. Como este processo não corresponde a realidade na obtenção das imagens, foi necessário realizar uma adequação ao valor calculado, ajustando o valor ao brilho utilizado pelo operador. Foi identificado que o tom de cinza de cada fase deve ser acrescido de 20 unidades a cada 0,5% de aumento de brilho. Com este ajuste, podemos calcular o tom de cinza de qualquer uma das fases, desde que não seja alterado o seu contraste.

Algoritmo 2: Pseudocódigo do algoritmo para definição das constantes.

```

input : Vetor  $Z_{118}$  /* Arquivo número atômico dos elementos químicos */
input : Vetor  $M_{118}$  /* Arquivo número de massa dos elementos químicos */
input : Matriz  $e_{2 \times 1 \dots n}$  /* Elementos químicos de cada fase */
input :  $tc_1; tc_2$  /* Tons de cinza centrais de cada fase */
output :  $c_1; c_2; c_3; c_4$  /* Coeficiente de ajuste */

1  $mt(i) \leftarrow$  Massa total /* Conforme Eq. (5.2) */;
2 for  $i \leftarrow 1$  to 2 do
3   for  $j \leftarrow 1$  to  $n$  do
4      $F(i, j) = Z(e(i, j)) / mt(i)$ ;
5   end
6 end
7 for  $c_1 \leftarrow 900 : -1$  to  $-900$  do
8   for  $c_2 \leftarrow 900 : -1$  to  $-900$  do
9     for  $c_3 \leftarrow 900 : -1$  to  $-900$  do
10      for  $c_4 \leftarrow 900 : -1$  to  $-900$  do
11         $tom \leftarrow 0$ ;
12         $tom\_1 \leftarrow 0$ ;
13        for  $j \leftarrow 1$  to  $n$  do
14           $tmp \leftarrow 0$ ;
15           $tmp \leftarrow {}_1 * -0,0254 + c_2 * 0,016 * Z(e(1, j)) - c_3 * 1,86 * 10^{-4} * Z(e(1, j))^2 + c_4 * 8,3 * 10^{-7} * Z(e(1, j))^3$ ;
16           $tom \leftarrow tom + (tmp * F(1, j))$ ;
17           $tmp \leftarrow 0$ ;
18           $tmp \leftarrow c_1 * -0,0254 + c_2 * 0,016 * Z(e(2, j)) - c_3 * 1,86 * 10^{-4} * Z(e(2, j))^2 + c_4 * 8,3 * 10^{-7} * Z(e(2, j))^3$ ;
19           $tom\_1 \leftarrow tom\_1 + (tmp * F(2, j))$ ;
20        end
21        if  $tom == tc_1$  and  $tom\_1 == tc_2$  then
22          Return
23        end
24      end
25    end
26  end
27 end

```

5.2 Segmentação das Fases

A segmentação das fases consiste em separar cada uma das fases presentes na imagem, gerando uma nova imagem, binária, para cada uma delas. O fluxograma da [Figura 21](#) apresenta os passos realizados para a segmentação das fases e posterior interpretação. A composição das possíveis fases presentes em uma amostra devem ser conhecidas a priori.

O processo inicia verificando se a calibração do sistema, que consiste em encontrar o valor de 4 constantes (c_1 , c_2 , c_3 e c_4) acrescentadas ao polinômio de Reuter ([Equação \(5.1\)](#)), já foi realizada. O processo de calibração é realizado apenas uma vez, desde que mantidos os mesmos valores de tensão do feixe, WD e abertura nas configurações do MEV . A [Seção 5.1](#) e o fluxograma da [Figura 20](#) detalham a execução desta calibração, que tem como entrada os valores de dois tons de cinza e a composição química destes.

Na sequência, o algoritmo estima o tom de cinza médio esperado para as possíveis fases presentes na amostra. O algoritmo tem como entrada a imagem da amostra obtida através de um microscópio de varredura eletrônica em modo retro espalhado e o valor das 4 constantes (c_1 , c_2 , c_3 e c_4).

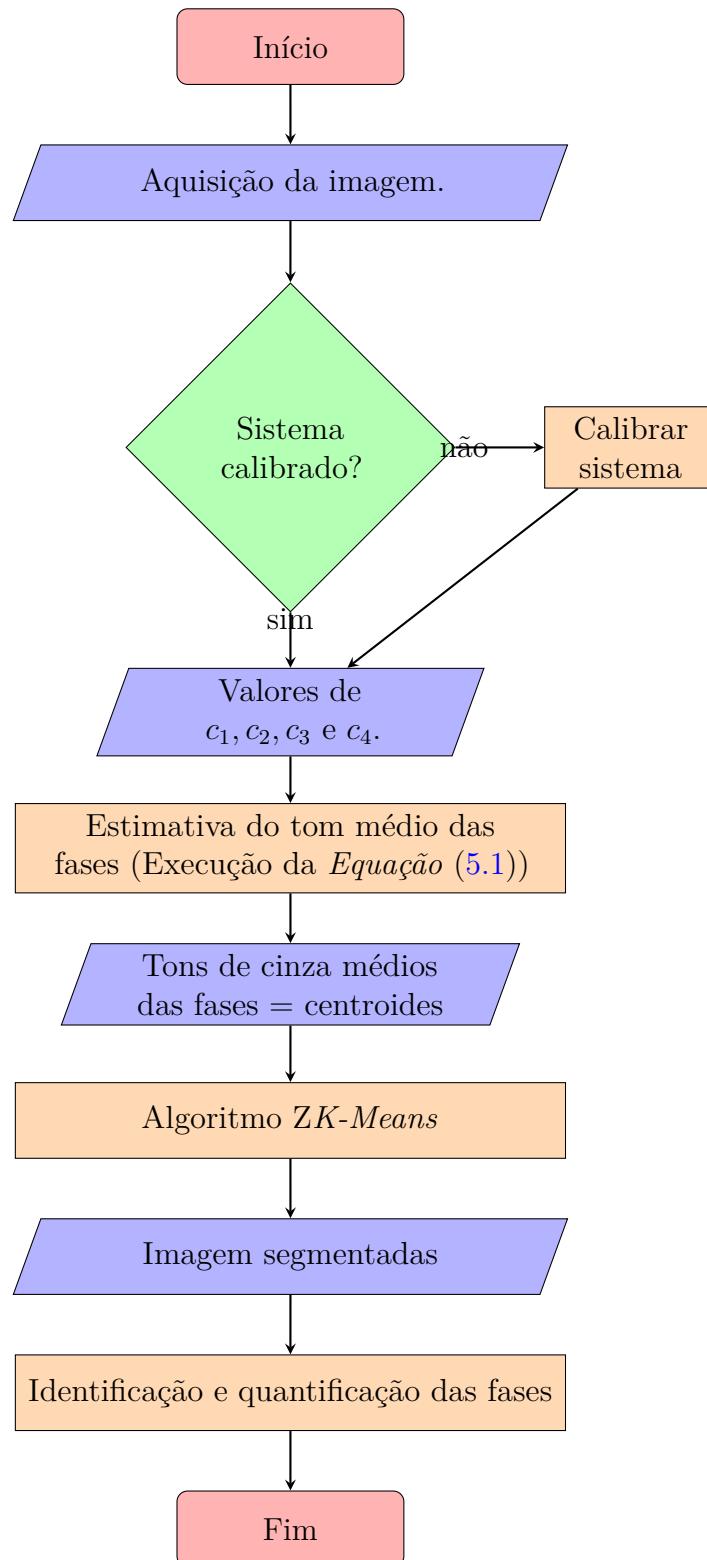
Os valores dos tons de cinza encontrados neste passo de execução servirão de entrada para a execução do algoritmo *ZK-Means*, detalhado na [Seção 5.2.1](#), que fará a separação dos pixels de cada uma das fases e gerando as imagens segmentadas.

Utilizando a identificação das fases descrita na [Seção 5.1](#) é possível determinar, com boa precisão, os pontos de partida para a execução de algoritmos baseados em *sementes* (pontos iniciais utilizados como centroides na segmentação). Sabe-se que boas sementes são a chave para a correta segmentação na utilização destes algoritmos. Baseado nisso, foi selecionado para realização da segmentação de imagens o algoritmo *K-Means*.

Para detectar as fases (F_k) presentes na amostra, após calculados os candidatos tons centrais através do método proposto para identificação das fases, é realizado um somatório dos pixels para cada tom, conforme a [Equação \(5.3\)](#), onde $I(i, j)$ contém o tom de cinza na coordenada i, j da imagem em análise e p o número de fases que poderão estar presentes na amostra, valor este que já é conhecido a priori. Caso k apresente uma percentagem $\geq \alpha$ em relação aos pixels total da imagem, esta fase é selecionada.

$$F_k = \sum_i^m \sum_j^n I(i, j), \quad \forall I(i, j) = F_k; k \in (1, \dots, p) \quad (5.3)$$

Figura 21 – Fases do algoritmo de segmentação.



Fonte: O próprio autor.

5.2.1 Algoritmo *ZK-Means*

O algoritmo *ZK-Means* proposto é uma combinação da identificação das fases (Seção 5.1) e o algoritmo *K-Means* (Seção 2.1.4.2). O valor dos tons de cinza centrais de cada fase são utilizados como os centroides iniciais e é realizada uma clusterização atribuindo cada pixel ao centro mais próximo. Após, o algoritmo *K-Means* original é executado, finalizando a segmentação.

Algoritmo 3: Pseudocódigo do algoritmo *ZK-Means*.

```

input : Matriz  $im_{m \times n}$  */ Arquivo de imagem */
output : Imagens resultantes da segmentação

1  $nc \leftarrow$  Número de centroides;  $T \leftarrow$  Número de Iterações;
2  $m_{nc} \leftarrow$  Centroides */ Eq. (5.3) */;
3  $t \leftarrow 0$ ;  $eps \leftarrow 1.e - 5$ ;  $cmx \leftarrow 1$ ;  $pcs \leftarrow m$ ;
4 while ( $t > T$ ) And ( $cmx > eps$ ) do
5   for  $c \leftarrow 1$  to  $nc$  do
6      $D(:, :, c) \leftarrow (im - m(c))^2$ ;
7   end
8    $[mv, ML] = \min(D, [], 3)$ ;
9   for  $c \leftarrow 1$  to  $nc$  do
10     $I = (ML == c)$ ;
11     $m(c) \leftarrow \text{mean}(\text{mean}(im(I)))$ ;
12  end
13   $cmx \leftarrow \max(\text{abs}(m - pcs))$ ;
14   $pcs \leftarrow m$ ;
15   $t \leftarrow t + 1$ ;
16 end
17 return  $ML$ .

```

O algoritmo *K-Means* foi escolhido para realizar a segmentação das imagens devido a sua simplicidade, rapidez, facilidade de implementação e ser um algoritmo de mineração de dados não supervisionado, ou seja, não necessita de nenhuma intervenção externa para a sua execução.

O pseudocódigo do Algoritmo 3 mostra em detalhes a execução do algoritmo, onde nc é o número de *clusters* e m_i são os centroides de cada *cluster*. As linhas 1 a 3 inicializam as variáveis; as linhas 4 até 17 criam um laço de repetição enquanto um determinado número de iterações não é atingido ou não houver mais alterações nos *clusters*; o laço da linha 5 até 7 calcula a distância entre cada pixel da imagem e os centroides; a linha 8 atribui os pixels da imagem aos agrupamentos de distância mínima; o laço da linha 9 até 12 atualizam o centroide do *clusters* e a linha 13 calcula a diferença absoluta máxima entre os centroides do *clusters* da iteração atual e o da iteração anterior.

5.3 Algoritmos de Dispersão

5.3.1 Entropia

Nesta seção, descreve-se uma implementação do algoritmo para cálculo da entropia de imagens binárias codificado em linguagem de programação *Matlab*®, baseado na *Equação 5.4* vista na *Seção 2.1.5.1*. Acredita-se que a análise dos resultados pode apresentar informações importantes quanto a composição de um determinado material analisado.

$$E = - \sum_{ij} P_{ij} \log(P_{ij}) - (1 - P_{ij}) \log(1 - P_{ij}) \quad (5.4)$$

onde

$$P_{ij} = \sum_{ij} \frac{n}{t} \quad (5.5)$$

5.3.1.1 Implementação Computacional

O algoritmo percorre, passo a passo, toda a matriz contendo a imagem binária resultante da segmentação e, a cada iteração, calcula a probabilidade de um ponto de cor branca (valor 1) ocorrer. De posse desta informação, é calculada a entropia do sistema até a coordenada atual do vetor. O pseudocódigo do algoritmo para cálculo da entropia é mostrado no *Algoritmo 4*, onde nas linhas 1 a 5 inicializam as variáveis. As linhas 6 a 14 formam um laço onde a matriz é percorrida, sendo que nas linhas 7 a 10 a probabilidade de ocorrência dos pontos brancos são calculados e as linha 11 e 12 calculam a entropia. A saída resultante, linha 16, é um vetor de tamanho $m * n$ contendo a entropia da imagem da posição $A\{1, 1\}$ até a posição $A\{m, n\}$.

5.3.1.2 Entropia por Quadrantes

Na maioria das vezes, as fases estão dispersas de maneira aleatória na imagem, sendo que para uma mesma amostra, ao adquirir uma nova imagem, a posição de determinado composto na imagem pode variar. Para contornar este problema e identificar agrupamentos de pixels de interesse, a imagem foi dividida em 400 quadrantes (20x20) e foi realizado o cálculo da entropia separadamente para cada quadrante da imagem. A *Figura 22* mostra um exemplo desta divisão.

Algoritmo 4: Pseudocódigo do Algoritmo para o cálculo da Entropia.

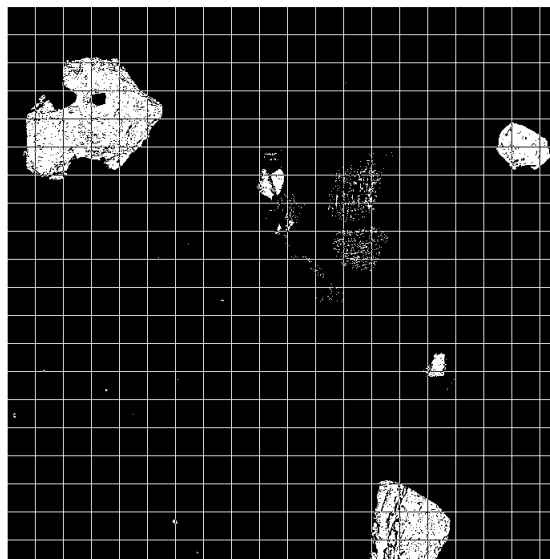
```

input : Matriz  $A_{m \times n}$  /* Arquivo de imagem */
output : Entropia

1  $PB \leftarrow 0$  /* Probabilidade de ocorrência da cor branca */;
2  $Tamanho \leftarrow m * n$ ;
3  $Branco \leftarrow 0$ ;
4  $Iter \leftarrow 1$ ;
5  $E\{Tamanho\} \leftarrow$  Vetor de 1 ;
6 for  $i \leftarrow 1$  to  $m$  do
7   for  $j \leftarrow 1$  to  $n$  do
8     if  $A(i, j) > 0$  then
9        $Branco \leftarrow Branco + 1$ ;
10    end
11     $PB \leftarrow Branco / Iter$  /* Calcula a probabilidade Eq. 5.5 */;
12     $E(Iter) \leftarrow -PB * \log_2(PB) - (1 - PB) * \log_2(1 - PB)$  /* Calcula a
      Entropia Eq. (5.4) */;
13     $Iter \leftarrow Iter + 1$ ;
14  end
15 end
16 return E.

```

Figura 22 – Visão da divisão por quadrantes.



Fonte: O próprio autor.

5.3.2 Matriz de Coocorrência

Uma matriz de coocorrência (Seção 2.1.5.2) é capaz de determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes. A matriz de coocorrência foi implementada com a utilização da função *graycomatrix* do programa Matlab®. A função retorna uma matriz quadrada, de tamanho determinado pelo número de tons de cinza da imagem, no caso em estudo, 256 linhas por 256 colunas.

O comando *graycomatrix()* utilizada sem parâmetros, realiza o cálculo da frequência com que ocorrem transições nos níveis de cinza em uma imagem, levando em consideração a distância $d = 1$ e a direção $\theta = 0$, ou seja, compara o pixel atual com o pixel da sua direita e da sua esquerda.

Algoritmo 5: Pseudocódigo do algoritmo de coocorrência.

```

input : Matriz  $I_{m \times n}$  */ Arquivo de imagem */
output : Matriz  $C_{k \times k}$  */ Matriz de coocorrência */
1  $C_{k \times k} \leftarrow$  Vetor de 0;
2 for  $i \leftarrow 1$  to  $m$  do
3   for  $j \leftarrow 2$  to  $n-1$  do
4      $C(I(i, j), (I(i, j-1))) = C(I(i, j), (I(i, j-1))) + 1;$ 
5      $C(I(i, j), (I(i, j+1))) = C(I(i, j), (I(i, j+1))) + 1;$ 
6   end
7 end
8 return  $C$ .
```

O pseudocódigo do Algoritmo 5 mostra como é calculada a matriz de coocorrência. O algoritmo começa carregando a imagem I (em tons de cinza) a ser analisada e tem como saída a matriz de coocorrência C . m corresponde ao número de linhas e n o número de colunas da imagem. k representa o número de tons de cinza que podem estar presentes na imagem (256).

A linha 1 inicializa o vetor C com valor *zero*. As linhas 2 a 7 percorrem a matriz contendo a imagem e realizam a contagem dos pares de tom de cinza. A linha 4 faz o somatório da ocorrência do tom do pixel atual na iteração com o tom do pixel da sua esquerda. A linha com o número do tom de cinza na posição $I(i, j)$ e a coluna com o número do tom de cinza na posição $I(i, j-1)$ da matriz de coocorrência é incrementado de um a cada ocorrência deste par de tons de cinza. Na linha 5, o somatório é realizado com o pixel da direita.

5.4 Algoritmos Auxiliares

5.4.1 Algoritmo para a Geração de Imagens de *Benchmark*

A validação das rotinas foi obtida a partir de imagens simuladas (*benchmark*) com as quais verificou-se a recuperação dos valores impostos às imagens e outros parâmetros de eficiência do processo automático da análise. Os arquivos de imagens padrões simulam até 15 fases. As características de cada uma das *fases* estão representadas na *Tabela 8*.

Tabela 8 – Características das fases simuladas das imagens *benchmark*.

Fase	Tom Inicial	Tom Final	Centroide
1	0	16	8
2	17	33	25
3	34	50	42
4	51	67	59
5	68	84	76
6	85	101	93
7	102	118	110
8	119	135	127
9	136	152	144
10	153	169	161
11	170	186	178
12	187	203	195
13	204	220	212
14	221	237	229
15	238	255	246

O programa gerador de imagens de *benchmark* funciona da seguinte maneira:

1. Gera uma imagem do tamanho das reais que são utilizadas pelos algoritmos (690x690);
2. Usuário entra com o número de quadrantes para dividir a imagem (cada quadrante será um agrupamento de uma fase);
3. Usuário entra com o número de fases que pretende simular;
4. Usuário entra com a percentagem de *clusters* que serão gerados para cada fase;
5. A posição de cada *clusters* é definida aleatoriamente na imagem;
6. A imagem é gerada de acordo com as especificações.

A *Figura 23* mostra a tela de execução do algoritmo gerador; na *Figura 24a* é visualizada a imagem e na *Figura 24a* seu respectivo histograma. A imagem de *benchmark* foi gerada com as seguintes características:

- Número de fases: 6;
- Fase 2 com 10% dos *clusters* da imagem;
- Fase 4 com 20% dos *clusters* da imagem;
- Fase 9 com 5% dos *clusters* da imagem;
- Fase 11 com 30% dos *clusters* da imagem;
- Fase 12 com 25% dos *clusters* da imagem;
- Fase 15 com 10% dos *clusters* da imagem;

Figura 23 – Tela do programa gerador de *benchmark*.

```
Número de fases: 6
Dividir a imagem em quantos quadrantes no eixo x (2,3,5,6,10,15,23,30,46 ou 69)? : 69

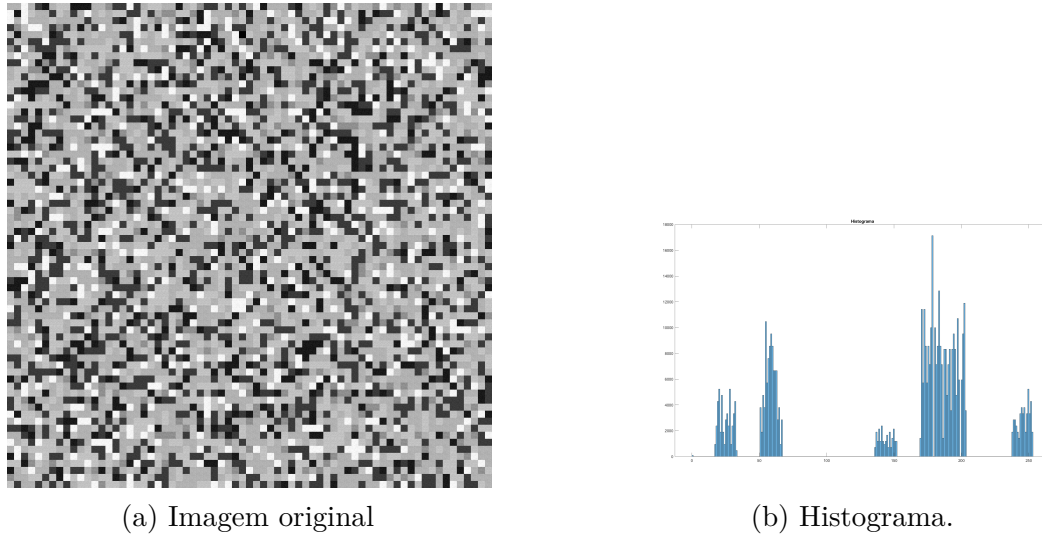
Tamanho do lado do quadrante: 10
Qual o número da fase 1: 2
Percentagens de quadrantes da fase 1: 10
Qual o número da fase 2: 4
Percentagens de quadrantes da fase 2: 20
Qual o número da fase 3: 9
Percentagens de quadrantes da fase 3: 5
Qual o número da fase 4: 11
Percentagens de quadrantes da fase 4: 30
Qual o número da fase 5: 12
Percentagens de quadrantes da fase 5: 25
Qual o número da fase 6: 15
Percentagens de quadrantes da fase 6: 10
>>
```

Fonte: O próprio autor.

5.4.2 Algoritmo para Cálculo do Tom Médio de uma Imagem

Esta rotina foi desenvolvida com a finalidade de calcular o tom de cinza médio presente em uma fase. Estes parâmetros servem como entrada (dois tons de cinza conhecidos) no algoritmo de identificação dos tons de cinza das fases e também como validação deste mesmo algoritmo, onde são comparados os tons estimados e os tons reais das fases presentes nas imagens.

O algoritmo é simples e consiste na soma do valor de todos os pixels encontrados na imagem, dividido pelo número de total de pixels. Isto pode ser visto na *Equação 5.6*,

Figura 24 – Imagem *benchmark* e seu histograma.

Fonte: O próprio autor.

onde i e j representam o número de linhas e colunas da imagem, T_{ij} contém o valor do tom de cinza do pixel na posição i,j e S é o número total de pixels presentes na imagem.

$$Tom = \frac{\sum_{ij} T_{ij}}{S} \quad (5.6)$$

Algoritmo 6: Pseudocódigo do algoritmo para Cálculo do Tom Médio.

```

input : Matriz  $T_{m \times n}$  */ Arquivo de imagem */
1  $Tom \leftarrow 0$ ;  $S \leftarrow Total\ de\ pixels$ ;  $m \leftarrow número\ de\ linhas$ ;  $n \leftarrow número\ de\ colunas$ ;
2 for  $i \leftarrow 1$  to  $m$  do
3   for  $j \leftarrow 2$  to  $n$  do
4      $Tom \leftarrow Tom + T_{i,j}$ ;
5   end
6 end
7  $Tom \leftarrow Tom / T_{i,j}$ ;
8 return  $Tom$ .
```

A implementação computacional pode ser vista no pseudocódigo do *Algoritmo 6*, onde temos como entrada uma matriz que representa a imagem. Já a linha 1 inicia as variáveis, o laço das linhas 2 a 6 varrem cada pixel da imagem, resultando na soma do valor do tom de cinza de todos os pixels e na linha 7, este valor é dividido pelo número total de pixels. A linha 8 retorna o resultado do processamento, ou seja, o valor do tom médio.

6 APLICAÇÃO DOS MÉTODOS PROPOSTOS

6.1 Aplicação do Polinômio para Cálculo dos Tons de Cinza das Fases

Nesta seção, será detalhada a execução do algoritmo utilizado para estimar o valor dos tons de cinza médios das fases (Vide *Seção 5.1* e *2.2.1*), o qual foi aplicado em imagens de microscopia eletrônica de uma amostra padrão, contendo diversas fases, conforme *Tabela 6*. Cada uma das imagens foi composta de cinco fases. Esta escolha está relacionada a vários fatores, como a extrapolação dos níveis de cinza de algumas fases devido a grande diferença do número atômico entre elas e a relação da distância física entre as fases e a sua ampliação.

Os parâmetros utilizados no *MEV* estão descritos na *Tabela 9*. Foram realizadas imagens com o brilho variando em 0,5% (90%, 90,5%, 91%, 91,5% e 92%). O ajuste de brilho para cima ou para baixo destas faixas de valores acabavam por extrapolar os limites da faixa de tons de cinza ($0 \sim 255$) de mais de uma fase. As imagens podem ser observadas na *Figura 26*.

Tabela 9 – Parâmetros utilizados no *MEV* (Imagens do gabarito).

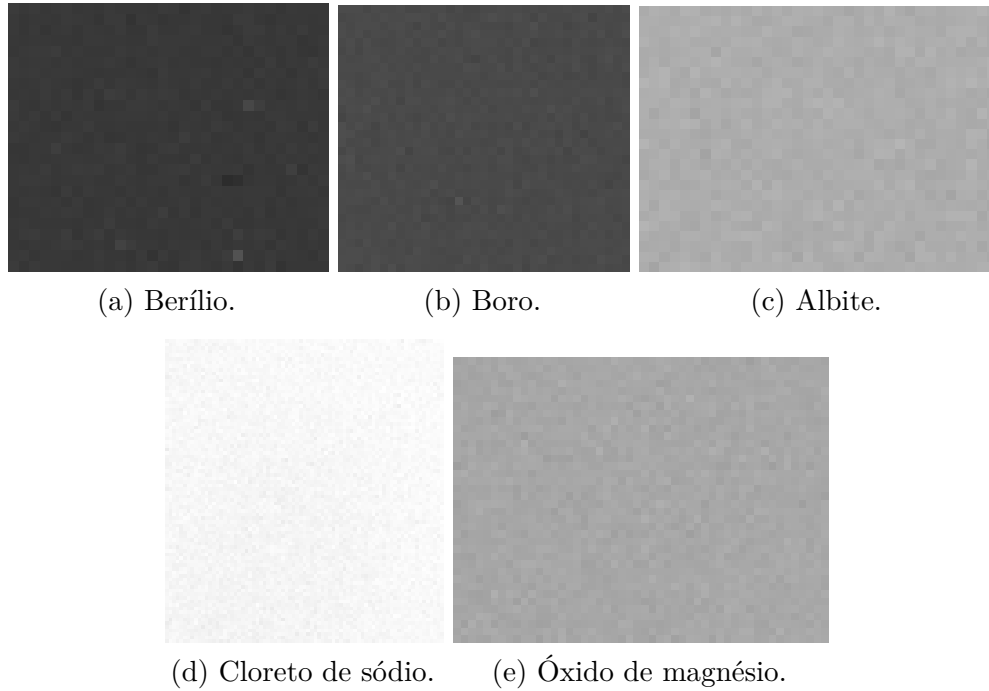
Sinal	Ampliação	Resolução	Tensão	WD	Spot	Contraste
BSED	50x	1022X690	25KV	10mm	6.0	47

As fases utilizadas foram a 1, 2, 5, 6 e 7 da amostra, escolha esta devido a posição física destas. Sua composição química é *Be* (Berílio), *B* (Boro), *NaAlSi₃O₈* (Albite), *NaCl* (Cloreto de sódio) e *MgO* (Óxido de magnésio), respectivamente.

Foi informado ao algoritmo a composição química das cinco fases presentes na amostra e a imagem foi adquirida com o brilho ajustado para o valor de 92%. Também foram informados os tons de cinza médio de duas destas: a fase 1 e a 4, cujos valores foram 57 e 247, respectivamente. Estes valores foram obtidos gerando novas imagens através de recortes na imagem original em posições onde se encontravam cada uma das fases. Estas novas imagens podem ser observadas na *Figura 26c*.

$$tom = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m X(i, j)}{m*n} \quad (6.1)$$

Figura 25 – Recorte das fases da imagem com brilho = 92%.



Fonte: O próprio autor.

Após esta etapa, foi realizado o cálculo do tom médio de cada uma destas imagens, utilizando a *Equação (6.1)*, onde m e n representam as linhas e colunas da imagem, respectivamente e $X(i, j)$, o valor do tom de cinza do pixel na posição i, j . O resultado pode ser visto na *Tabela 10*.

Tabela 10 – Tons de cinza médio das fases medidos nas imagens na amostra 01.

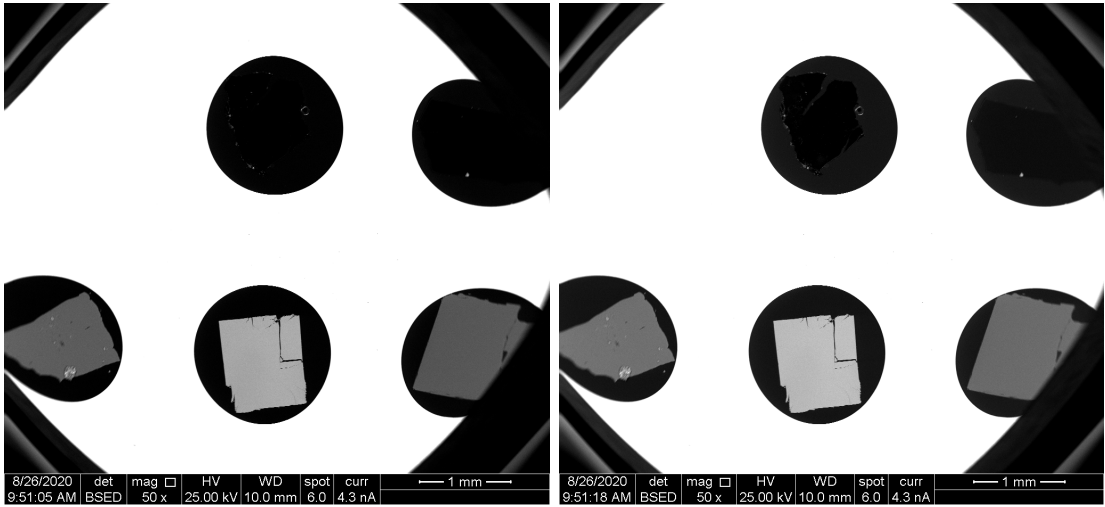
Brilho	1-Be	2-B	3-$NaAlSi_3O_8$	4-$NaCl$	5-MgO
90	> 0	> 0	96	167	87
90,5	> 0	13	115	187	107
91	16	33	136	206	127
91,5	36	53	155	228	147
92	57	73	173	247	167

Na execução do algoritmo foram encontrados os seguintes valores para as constantes da *Equação (5.1)* proposta: $c_1 = -1,4 \times 10^2$, $c_2 = 9 \times 10^2$, $c_3 = -9,76 \times 10^2$ e $c_4 = -2,65 \times 10^2$. Os resultados obtidos para os tons de cinza estão descritos na *Tabela 11*.

Conforme pode-se observar na *Tabela 12*, o tom de cinza médio ajustado pelo algoritmo resultou valores coincidentes ou muito próximos dos encontrados nas imagens reais. Os resultados com maiores diferenças de valores, embora pequenas, são encontrados na fase de *Albite*. Observando visualmente na imagem, nota-se que existem pequenas imperfeições na amostra, o que pode justificar esta diferença.

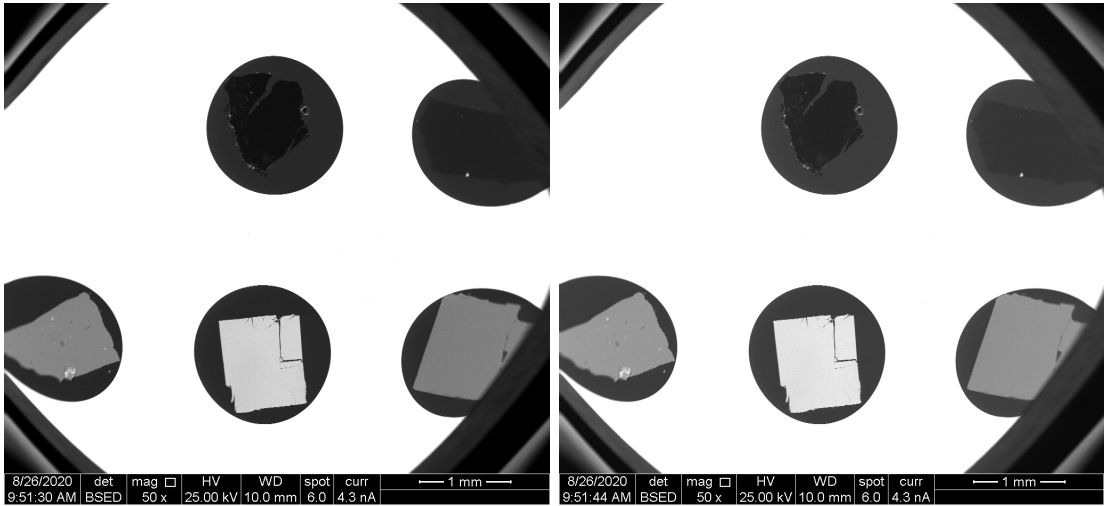
Com a finalidade de obter-se resultados mais robustos, com validação através de

Figura 26 – Imagens do gabarito contendo cinco fases.



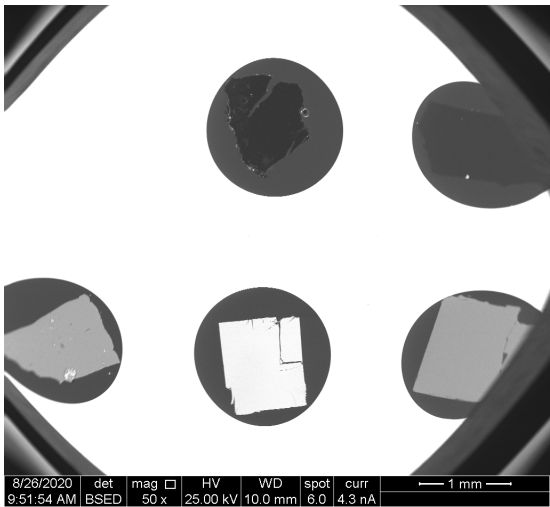
(a) Brilho = 90%.

(b) Brilho = 90,5%.



(c) Brilho = 91%.

(d) Brilho = 91,5%.



(e) Brilho = 92%.

Fonte: O próprio autor.

Tabela 11 – Tons de cinza médio das fases calculados pelo algoritmo para a amostra 01.

Brilho	1-Be	2-B	3-NaAlSi ₃ O ₈	4-NaCl	5-MgO
90	> 0	> 0	93	167	87
90,5	> 0	13	113	187	107
91	17	33	133	207	127
91,5	37	53	153	227	147
92	57	73	173	247	167

Tabela 12 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados para a amostra 01.

Brilho	1-Be	2-B	3-NaAlSi ₃ O ₈	4-NaCl	5-MgO
90	0	0	3	0	0
90,5	0	0	2	0	0
91	1	0	3	1	0
91,5	1	0	2	1	0
92	0	0	0	0	0

significância estatística, foram realizadas testes sobre outras amostras do gabarito padrão. Ao todo, mais três amostras foram analisadas.

Os parâmetros utilizados no *MEV* foram calibrados com a intenção de se obter o maior número de amostras possíveis por imagem, redução de fases onde os valores dos tons de cinza extrapolem os limites de 8 bits (0 ~ 255) e, ao mesmo tempo, imagens com boa qualidade visual. Estes parâmetros estão descritos na *Tabela 13*.

Tabela 13 – Parâmetros utilizados no *MEV* (Imagens do gabarito).

Seq	Sinal	Ampliação	Resolução	Tensão	WD	Spot	Contraste
02	BSED	32x	1022X690	20KV	19,6mm	6.0	56,3
03	BSED	32x	1022X690	20KV	19,6mm	6.0	53,8
04	BSED	32x	1022X690	20KV	19,6mm	6.0	51,3

Tabela 14 – Fases informadas e resultado dos valores das constantes.

Fases informadas					Valores das constantes			
Seq	F 1	T 1	F 2	T 2	c ₁	c ₂	c ₃	c ₄
02	17	152	39	234	5x10 ²	4,8x10 ²	2,05x10 ²	-6,46x10 ²
03	31	151	55	236	4,86x10 ²	4,85x10 ²	5,65x10 ²	6,4x10 ²
04	01	91	13	234	2x10 ³	6,7x10 ²	6,15x10 ²	-1,055x10 ³

A *Tabela 14* mostra, na coluna 01, o número sequencial de cada uma das amostras; na coluna 02, o número da primeira fase informada ao sistema para a sua calibração (Conforme *Tabela 6*) e na coluna 03 o seu tom de cinza correspondente; as colunas 04 e 05, mostram a segunda fase informada e seu tom de cinza correspondente, respectivamente, e as colunas 4 a 8, desta mesma tabela, lista os valores das 4 constantes calculadas pelo algoritmo.

Tabela 15 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 02.

Tom	CaF_2	$CaSiO_3$	Sc	FeS_2	Co	SNi	SrF_2	Y	Zr	Cd	$InAs$	Sn
Imagem	114	110	152	156	187	186	184	221	221	234	226	238
Estimado	114	107	152	148	182	186	177	222	224	234	223	234
Diferença	00	03	00	08	05	00	07	01	03	00	03	04

Tabela 16 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 03.

Tom	SrF_2	Y	Zr	Cd	$InAs$	Sn	Hf	Ta	W	Re	$PbTe$	Bi
Imagem	151	182	183	201	194	202	222	227	226	228	224	236
Estimado	151	186	188	201	191	204	224	225	226	227	224	236
Diferença	00	04	05	00	03	02	02	02	00	01	00	00

Tabela 17 – Diferença entre tons de cinza reais e calculados na amostra 04.

Tom	Be	B	BN	$NaCl$	MgO	Al_2O_3	KBr	$KAlSi_3O_8$	CaF_2	$CaSiO_3$
Imagem	91	102	110	172	144	146	234	157	172	165
Estimado	91	101	111	178	148	149	234	157	175	168
Diferença	00	01	01	06	04	03	00	00	03	03

Tabela 18 – Resultados estatísticos - Algoritmo estimativa dos tons de cinza.

Amostra	Média	Desvio Padrão	Variança	Nr acertos	% acertos
01	0,00	0,00	00,0	05 \ 05	100,00%
02	2,83	2,19	4,82	04 \ 12	33,33%
03	1,58	1,42	2,01	05 \ 12	41,67%
04	2,10	1,70	2,89	03 \ 10	30,00%
Médias	1,90	1,84	3,38	17 \ 39	43,59%

Nas Tabelas 15, 16 e 17 tem-se os resultados das amostras 02, 03 e 04, respectivamente. A linha 2 das tabelas mostram os valores dos tons de cinza reais encontrados nas imagens das amostras e na linha 3 tem-se o valor estimado pelo algoritmo. Já a linha 4 mostra a diferença entre os valores reais e os valores estimados para cada uma das fases, cuja composição química é vista na linha 1 de cada tabela.

A Tabela 18 mostra os resultados estatísticos destas três medições, onde se pode observar que em 43,59% das fases foi estimado o valor exato do tom de cinza correspondente. Na amostra 01, o valor de todas as fases foi estimado corretamente. A média de erro foi de 1,9 unidades, apresentando um desvio padrão de 1,84 e uma variança de 3,38.

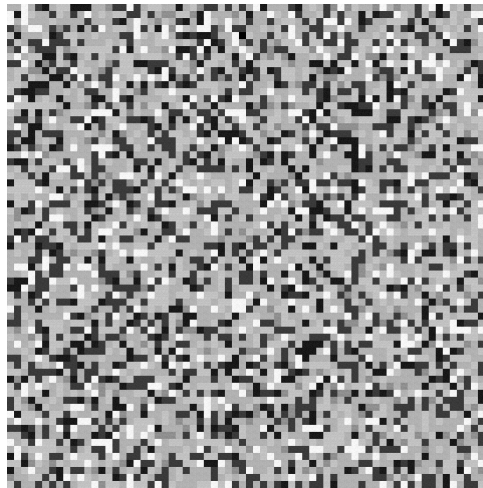
Os resultados foram considerados muito bons. Entretanto, não foram encontrados, no alcance da literatura deste trabalho, resultados de pesquisa sobre o mesmo problema, não sendo possível realizar comparações.

6.2 Aplicação do Algoritmo de Segmentação *FK-Means* em Imagens de *Benchmark*

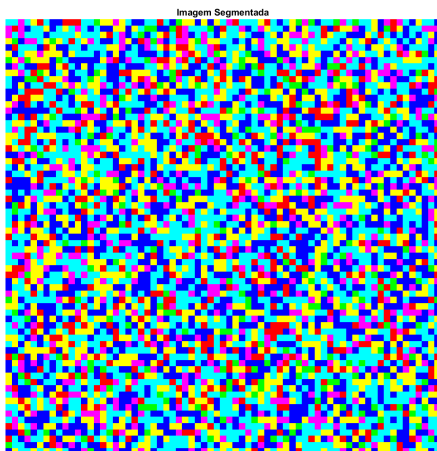
Uma imagem de *benchmark* (*Figura 24a*), gerada utilizando o algoritmo descrito na *Seção 5.4.1*, foi utilizada como entrada no algoritmo de segmentação *ZK-Means* (Vide *Seção 5.2.1* e *2.1.4.2*) sendo executado sob duas condições: na primeira, as sementes (centroide dos *clusters*) foram geradas de forma aleatória e na segunda foram utilizados os centroides utilizados para gerar as imagens, conforme a *Tabela 8*. Este procedimento tem como objetivo demonstrar a importância de gerar boas sementes para uma correta segmentação das imagens. O resultado é apresentado na *Figura 27*.

Nas imagens podemos observar que a segmentação que utilizou os centroides pré-estabelecidos (*Figura 27b*) conseguiu separar todas as fases simuladas de forma correta.

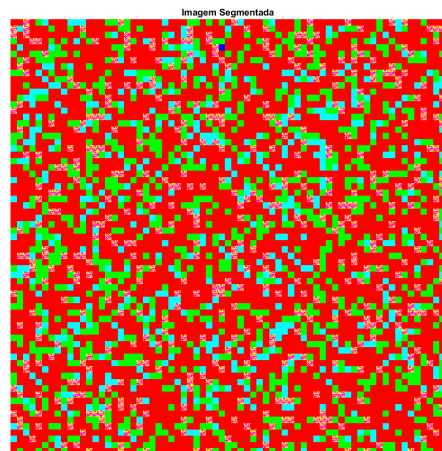
Figura 27 – Resultado da segmentação através do *ZK-Means*.



(a) Imagem original



(b) Centroides pré-processados.



(c) Centroides aleatórios.

Fonte: O próprio autor.

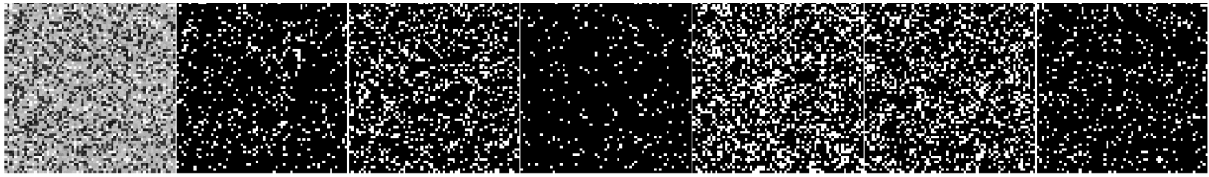
Já o algoritmo que utilizou os centroides gerados aleatoriamente, conforme o *K-Means* original, não conseguiu separar corretamente 50% das fases (fases 3, 4 e 6). Estas fases apresentam tons de cinza semelhantes e a segmentação ficou comprometida, misturando pixels de uma fase na outra. Entretanto, conseguiu reconhecer as fases 1, 2 e 5. Dois destes *clusters* apresentam centroides distantes um dos outros, facilitando o processo de separação das fases (*Figura 27c*).

A diferença dos resultados encontrados nas duas formas de segmentação, sendo que o algoritmo proposto funcionou perfeitamente nesta imagem, reforça a importância de definir corretamente os centroides das fases das imagens reais dos minerais para uma correta segmentação utilizando o algoritmo *K-Measn*, e estes poderão ser calculados a partir da identificação das fases (*Seção 5.1*).

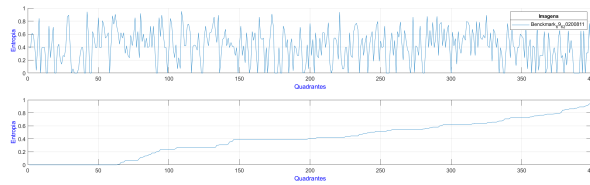
6.3 Aplicação do Algoritmo de Entropia em Imagens de *Benchmark*

A aplicação do algoritmo de entropia, o qual foi descrito na *Seção 5.3.1*, foi executado em imagens segmentadas de *benchmark* com a finalidade de demonstrar que é possível visualizar graficamente a dispersão das fases em uma imagem.

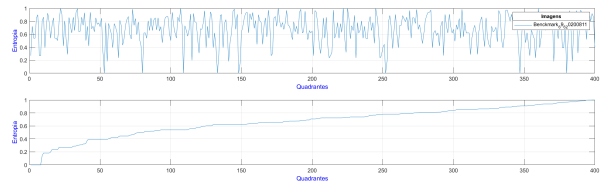
Figura 28 – Entropia das fases em imagem simulada.



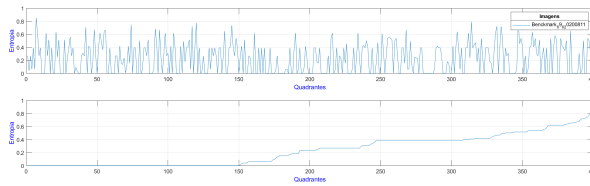
(a) Imagem de benchmark e suas 6 fases.



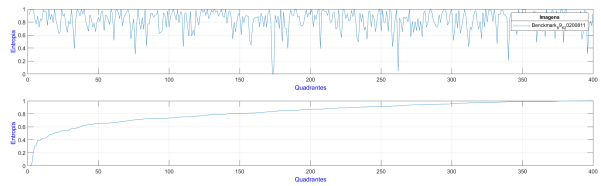
(b) Segmento A.



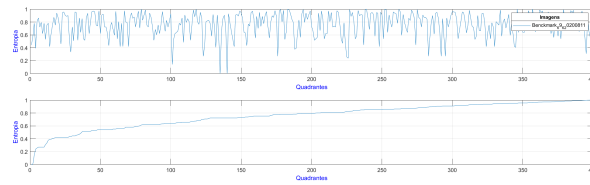
(c) Segmento B.



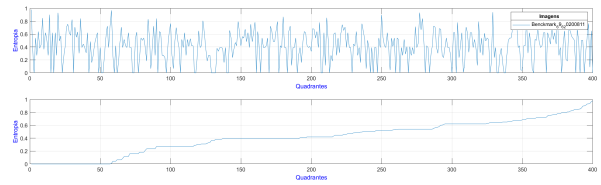
(d) Segmento C.



(e) Segmento D.



(f) Segmento E.



(g) Segmento F.

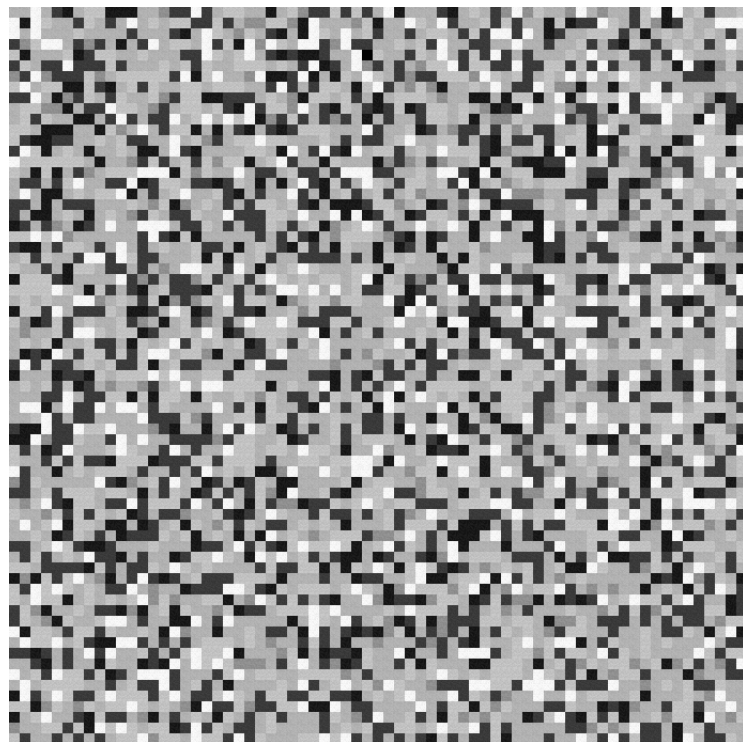
Fonte: O próprio autor.

Na *Figura 27b* observa-se, na primeira coluna, a imagem de *benchmark*, conforme características descritas na *Seção 5.4.1*, e, nas próximas colunas, suas 06 imagens resultantes da separação de cada uma das fases. Nas imagens da *Figura 28b* até a *Figura 28g* é visto na imagem superior de cada uma delas, o gráfico resultante da entropia por quadrantes (*Seção 5.3.1.2*) e, na parte inferior, o gráfico resultante da ordenação crescente destes dados. É possível verificar o número de quadrantes em que não há nenhuma porção da fase. Como exemplo, o segmento *28b* possui mais de 50 quadrantes nesta situação e o segmento *28e* contém aproximadamente 150 quadrantes vazios.

6.4 Aplicação da Matriz de Coocorrência em Imagens de *Benchmark*

O algoritmo que gera a matriz de coocorrência, descrita na Seção 5.3.2 e 2.1.5.2, foi executado tendo como entrada a imagem de *benchmark* (Figura 29), criada com as características descritas na Seção 5.4.1. Foram gerados gráficos 2D e 3D, os quais têm a finalidade de demonstrar que é possível visualizar graficamente a dispersão das fases em uma imagem.

Figura 29 – Imagem de *benchmark*.

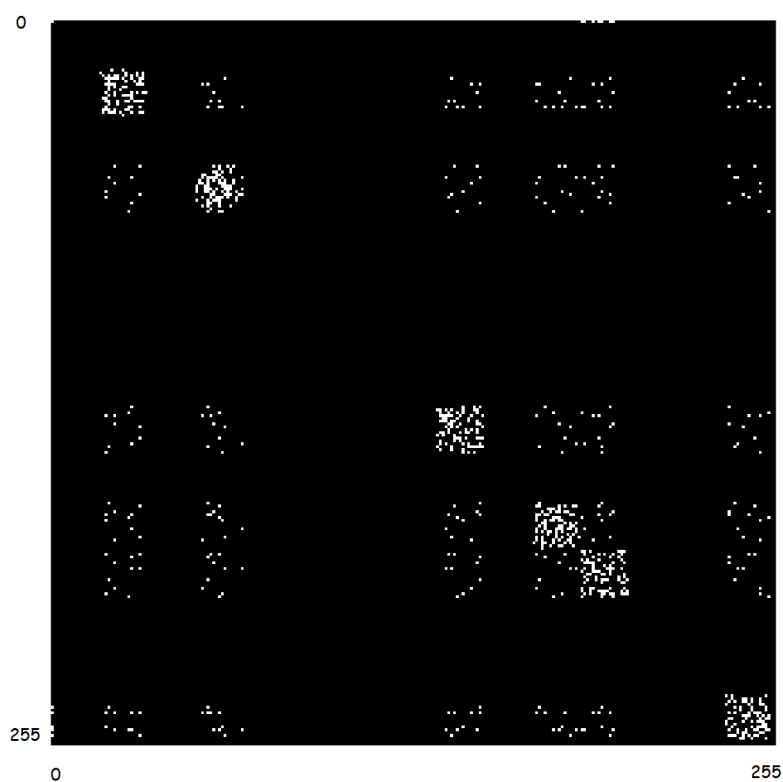


Fonte: O próprio autor.

O resultado foi um gráfico 2D que pode ser visualizado na Figura 30, no qual é possível observar todos os pares de tons de cinza encontrados na imagem.

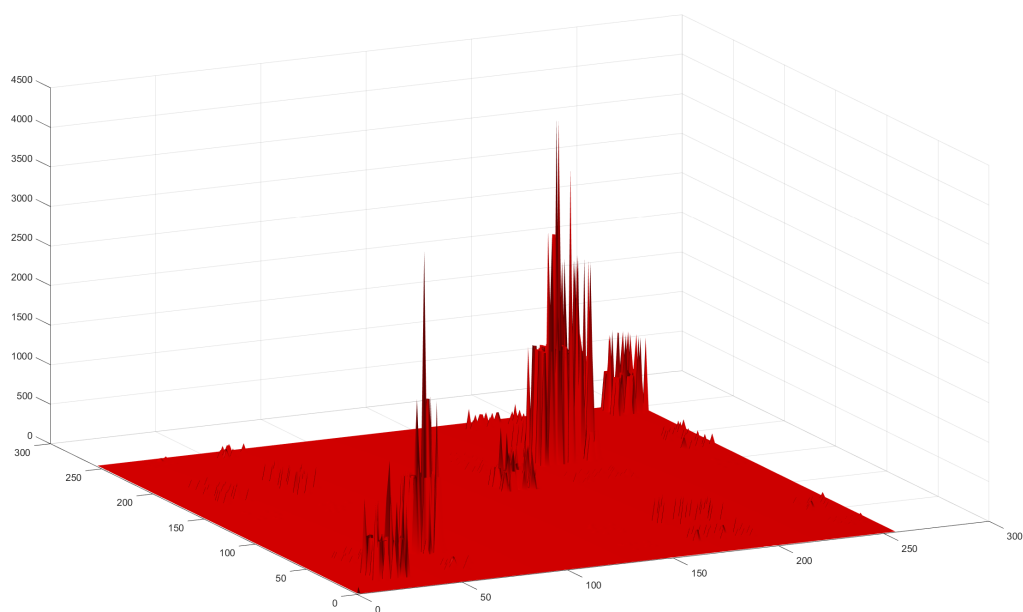
Na Figura 31 visualiza-se o resultado de um gráfico 3D. Neste gráfico, além da visualização dos pares de tons de cinza, há também a quantificação destes pares encontrados na imagem.

Figura 30 – Visualização 2D da matriz de coocorrência.



Fonte: O próprio autor.

Figura 31 – Visualização 3D da matriz de coocorrência.



Fonte: O próprio autor.

7 ESTUDO DE CASO

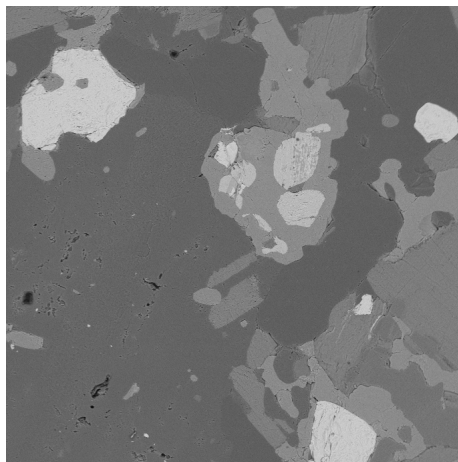
Este capítulo aborda um estudo de caso onde foi implementada uma aplicação que utilizará os algoritmos desenvolvidos para auxiliar na realização de uma análise automática da microestrutura de rochas utilizadas como agregados do concreto.

7.1 Algoritmo de Segmentação Aplicado em Imagens de Rochas

O algoritmo *ZK-Means* (Vide Seção 5.2.1 e 2.1.4.2) foi implementado em linguagem *Matlab®* e aplicado na segmentação da imagem de microscopia eletrônica de uma rocha (Figura 32). Nos experimentos realizados, o número de *clusters* foi considerado fixo em seis unidades, tendo o resultado alcançado uma segmentação de ótima qualidade. Foram geradas duas imagens segmentadas para efeito de comparação: uma com pontos iniciais gerados aleatoriamente (Figura 33b) e outra com as sementes retiradas, analisando os picos do histograma da imagem original (Figura 33a), simulando os pontos que seriam utilizados através do reconhecimento das fases, módulo este ainda não implementado.

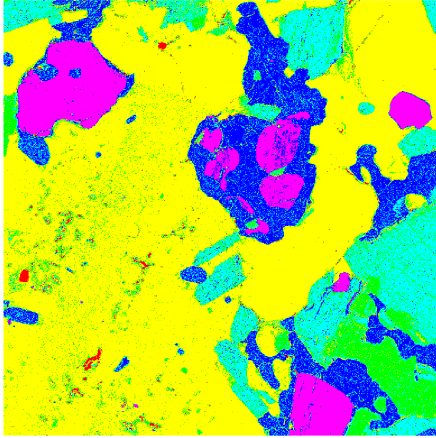
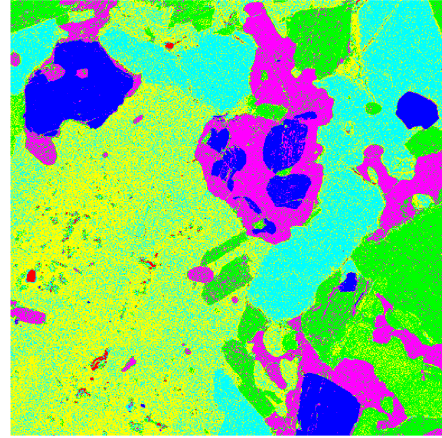
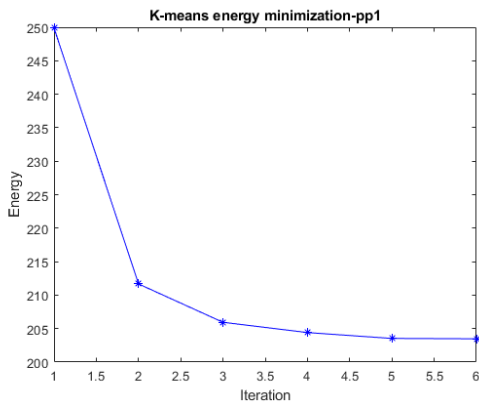
Os gráficos das Figuras 33c e 33d representam as funções de minimização de energia, onde o eixo x mostra o número de iterações e o eixo y mostra a soma da diferença entre os centroides e seus membros. Podemos observar que o algoritmo converge aproximadamente 3 vezes mais rapidamente quando utilizados os pontos iniciais pré-processados e a soma da diferença entre os centroides e seus membros na primeira iteração sofre uma redução de aproximadamente 20 vezes.

Figura 32 – Imagem original da rocha.

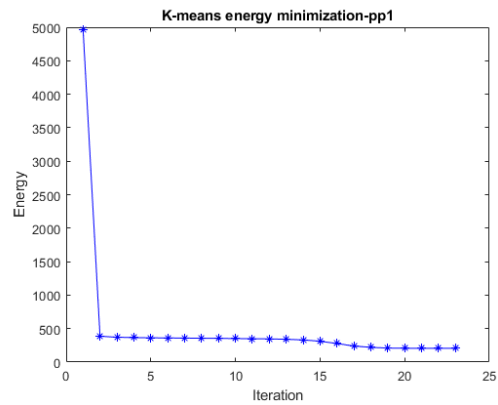


Fonte: O próprio autor.

No próximo experimento, imagens de microscopia eletrônica em modo retroespalhados de 05 (cinco) rochas distintas, utilizadas como agregados de concreto, foram

Figura 33 – Imagens segmentadas através do algoritmo. *ZK-Means*.(a) *K-Means* com pontos pré-processados.(b) *K-Means* com pontos aleatórios.

(c) Iterações com pontos pré-processados.



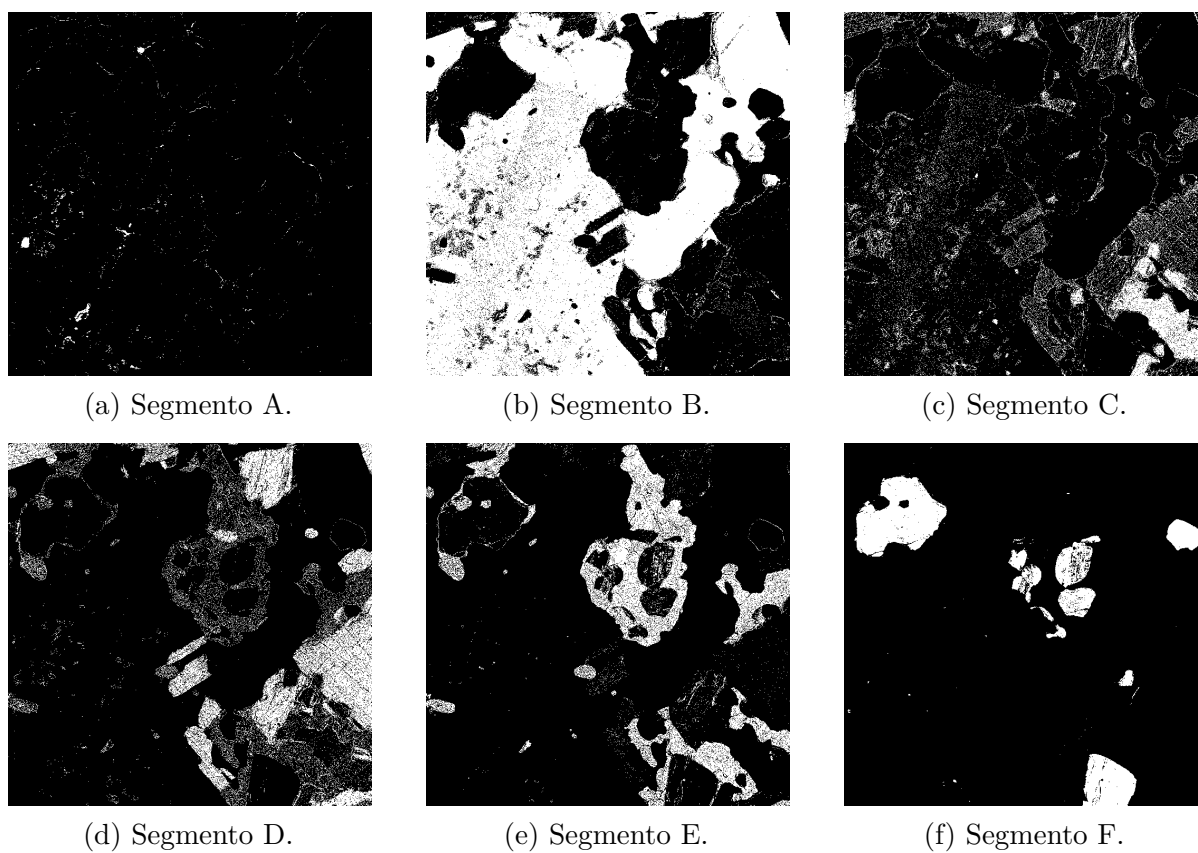
(d) Iterações com pontos aleatórios.

Fonte: O próprio autor.

analisadas. A imagem da *Figura 35* apresenta na primeira coluna as imagens destas rochas e nas colunas subsequentes, as imagens resultantes da segmentação de cada uma das fases encontradas nas amostras. Pode-se observar visualmente que o algoritmo apresentou uma ótima separação dos componentes presentes nas rochas.

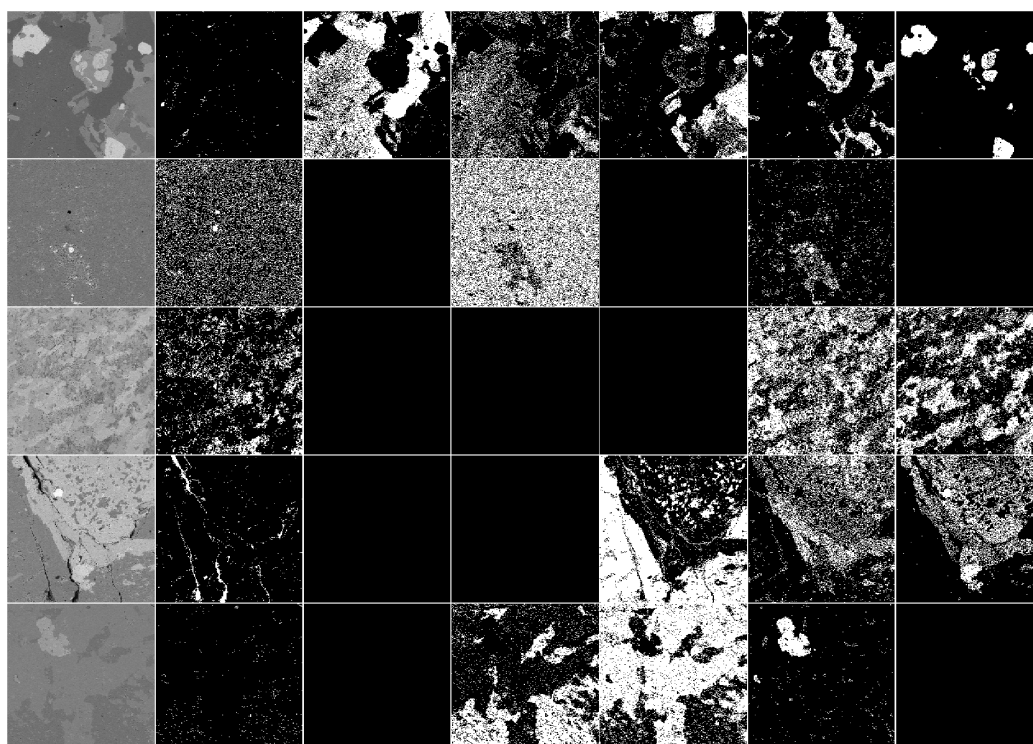
Durante os testes foram encontradas algumas pequenas limitações na separação das fases através de imagens: Amostras que não possuem uma superfície lisa, apresentando relevos, seja devido a um polimento ineficiente ou pela própria característica do material da amostra, alteram artificialmente a tonalidade de regiões da imagem. Os tons de cinza de uma fase sofrem alterações, ficando mais escuros nos locais onde há a presença de "vales" rasos. Este problema não acontece em amostras que apresentam vales profundos, pois quanto mais profundos são os vales, mais escura será a tonalidade e o algoritmo conseguirá classificá-los como poros, trincas ou defeito. Foi observado, também, que amostras contaminadas, que apresentam em sua superfície partículas estranhas ao material que está sendo analisado, podem ser confundidas como uma fase durante a análise.

Figura 34 – Imagens geradas através da segmentação.



Fonte: O próprio autor.

Figura 35 – Segmentação de imagens de rochas (agregados do concreto).



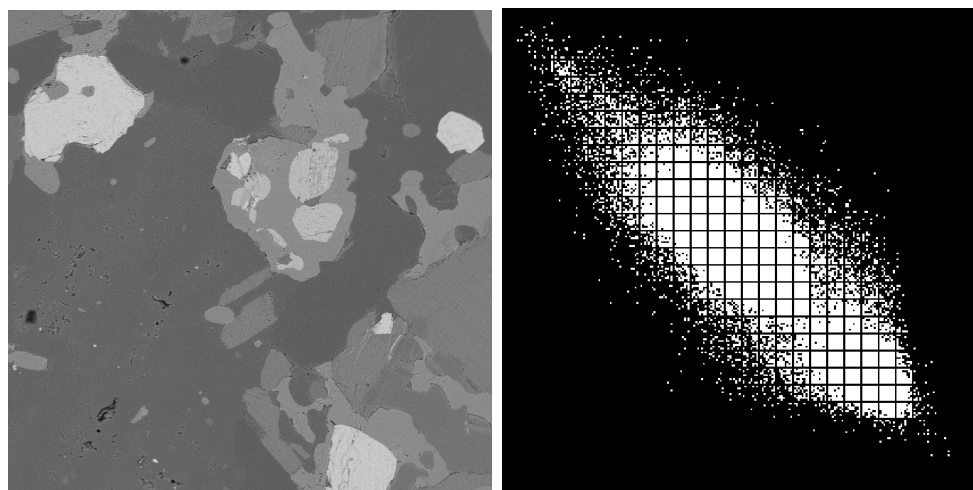
Fonte: O próprio autor.

7.2 Matriz de Coocorrência Aplicada em Imagens de Rochas

A matriz de coocorrência, descrita na [Seção 5.3.2](#) e [2.1.5.2](#), foi aplicada à imagem de rocha da [Figura 36a](#). A partir da matriz, foram criados gráficos onde se pode observar alguns atributos da imagem, como os padrões de textura.

Na [Figura 36b](#) é possível visualizar o gráfico 2D, gerado a partir da matriz de coocorrência, onde se verifica a presença ou não de um determinado par de tons de cinza na imagem. Quanto mais distante e quanto mais frequente for a presença de valores não nulos em relação à diagonal principal, maior será o grau de dispersão das intensidades dos pixels da imagem.

Figura 36 – Visualização 2D da matriz de coocorrência.



(a) Imagem original.

(b) Visualização 2D.

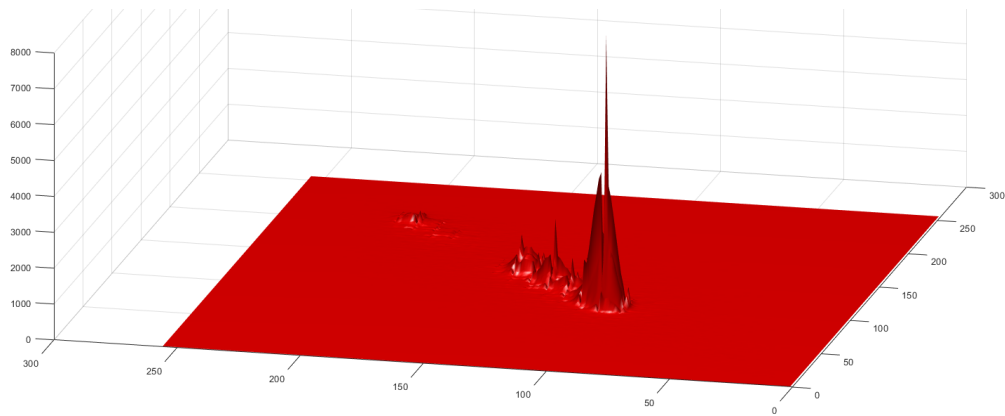
Fonte: O próprio autor.

Na [Figura 37](#), que mostra o gráfico 3D resultante da matriz de coocorrência, é possível visualizar, além das transições entre pares de tonalidades da imagem, a quantificação destes pares. Os agrupamentos ao redor dos picos correspondem a uma assinatura das fases que compõem a amostra ou o valores dos tons de cinza dos pixels que delimitam as fases.

A [Figura 38](#) faz uma comparação com gráficos em 2D e 3D das 05 rochas estudadas até o momento. Nos gráficos 2D, nota-se nitidamente as diferenças entre os padrões de textura das imagens: quanto mais afastados os pontos em relação à diagonal principal, maior a dispersão dos tons de cinza referentes aos pixels. Em relação aos gráficos 3D, pode-se identificar visualmente os tons de cinza que compõem cada fase e sua quantificação.

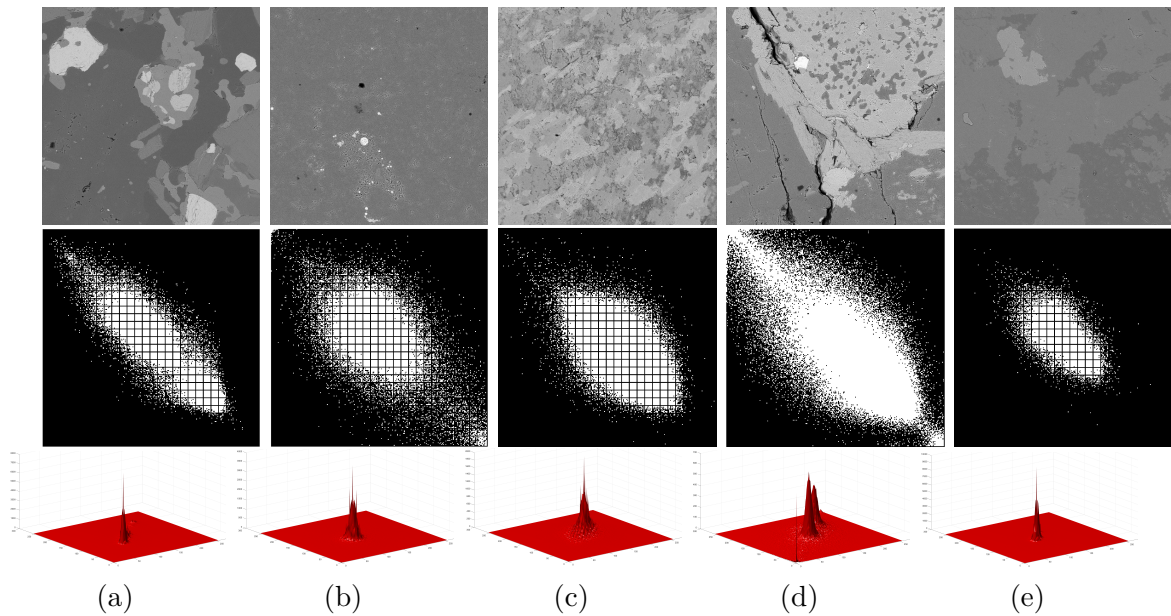
A análise via matriz de coocorrência apresentou diferenças significativas entre os diferentes tipos de rochas analisadas. Isto pode ser observado tanto nos gráficos 2D quanto nos 3D gerados a partir da matriz de coocorrência. Não foi possível, no escopo deste trabalho, um estudo mais aprofundado do significado de cada padrão de textura. No

Figura 37 – Visualização 3D da matriz de coocorrência.



Fonte: O próprio autor.

Figura 38 – Matriz de Coocorrência - Representação em 2D e 3D.



O próprio autor.

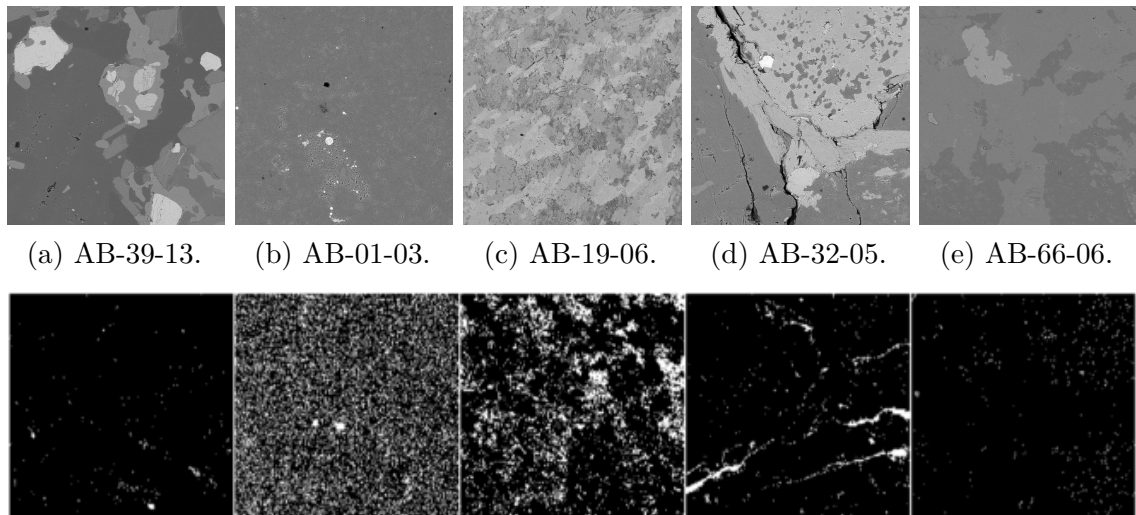
Fonte:

entanto, as imagens podem ser correlacionadas a ensaios expansivos e de detecção de *RAA* com o intuito de identificar padrões que ajudem nos diagnósticos.

7.3 Entropia do Sistema Aplicada em Imagens de Rochas

Os algoritmos para o cálculo da entropia, os quais foram descritos na *Seção 5.3.1*, foram aplicados às fases A (*Figura 39f*) das mesmas 05 imagens de rochas utilizadas na *Seção 7.2* (*Figuras 39a, 39b, 39c, 39d e 39e*).

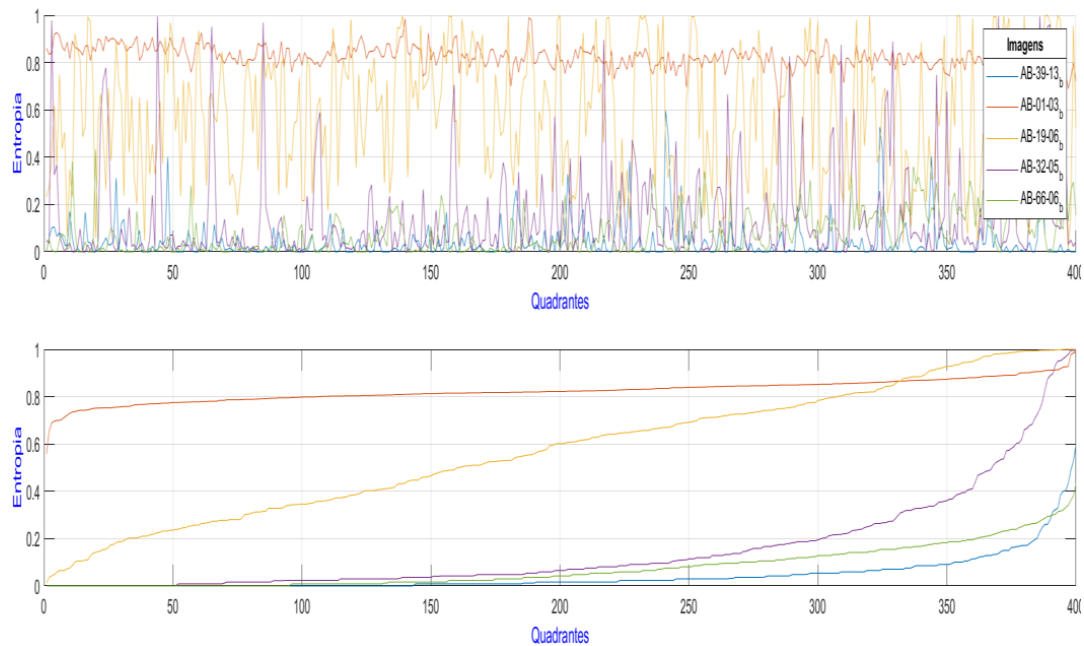
Figura 39 – Imagens das rochas.



(f) Segmentos A das rochas.

Fonte: O próprio autor.

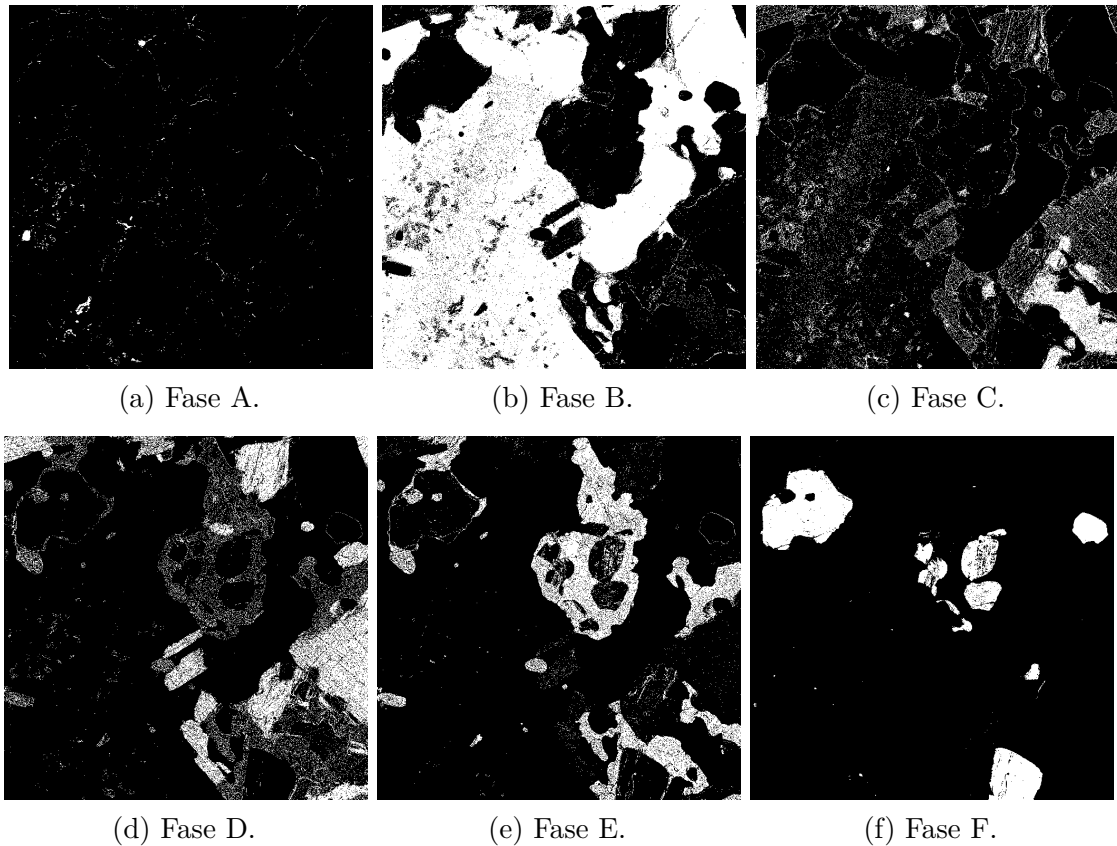
Figura 40 – Entropia dos segmentos A.



Fonte: O próprio autor.

Na parte superior da *Figura 40*, pode-se observar o gráfico mostrando a entropia de cada um dos 400 quadrantes de cada uma das 5 rochas. Na parte inferior, tem-se o gráfico

Figura 41 – Segmentos (fases) da rocha AB-39-13.



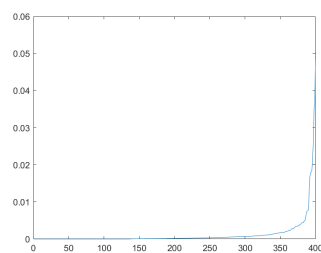
Fonte: O próprio autor.

com os resultados ordenados crescentemente pelo valor da entropia de cada quadrante. Assim, visualiza-se melhor a comparação da entropia entre diferentes fases, identificando os agrupamentos de segmentos indiferentemente de sua posição na imagem.

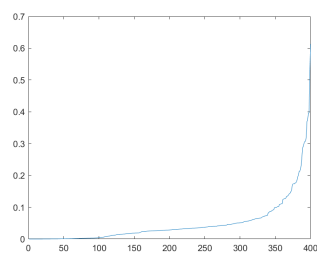
Também foram calculadas as entropias por quadrantes das seis fases identificadas na amostra AB-39-13. A *Figura 41* mostra estes seis segmentos. Os respectivos gráficos resultantes, com a entropia ordenada, são vistos nas *Figuras 42a, 42b, 42c, 42d, 42e e 42f*.

Da mesma forma que na análise da matriz de coocorrência, não foi realizado um estudo mais aprofundado do significado de cada gráfico da entropia. Acredita-se que os mesmos poderão complementar as análises matriz de coocorrência na correlação a ensaios expansivos e de detecção de *RAA* com o intuito de identificar padrões que ajudem nos diagnósticos.

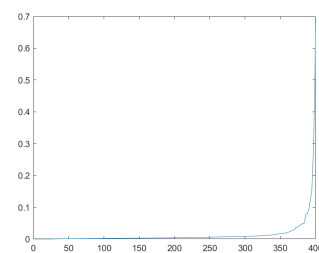
Figura 42 – Entropia dos segmentos por quadrantes.



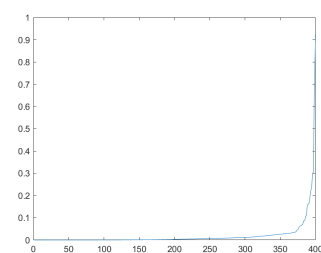
(a) Segmento A.



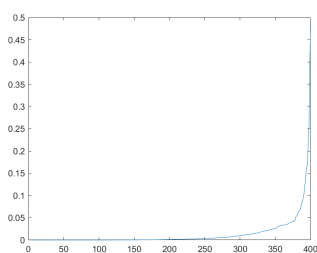
(b) Segmento B.



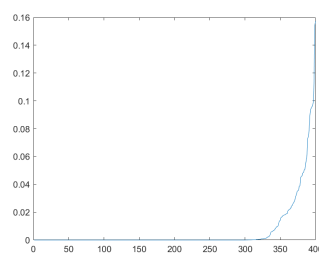
(c) Segmento C.



(d) Segmento D.



(e) Segmento E.



(f) Segmento F.

Fonte: O próprio autor.

8 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

Neste trabalho consideramos a possibilidade de obter análises quantitativas em materiais policristalinos a partir de imagens de microscopia eletrônica de varredura em modo retroespalhado. Foram desenvolvidos algoritmos e ferramentas computacionais capazes de determinar quantitativamente o grau de dispersão das fases constituintes bem como suas composições.

O algoritmo implementado para a identificação do nível de cinza das fases e consequente identificação da composição química das amostras, mostrou-se bastante eficiente e robusto. Foi validado através da análise de imagens de amostra "gabarito", os quais se conhece a priori sua composição química, e estimou com precisão o tom médio esperado para cada fase em 43,59% das amostras. A diferença média entre o tom de cinza medido e o estimado foi de 1,90 unidades e apresentou um desvio padrão de 1,84.

O método de clusterização utilizando a rotina de otimização *ZK-Means*, que usa como centroides os máximos locais encontrados no histograma, simulando o cálculo destes através da rotina baseada no polinômio de *Reuter*, apresentou excelente segmentação em imagens de rochas policristalinas. A validação da rotina foi obtida a partir de imagens simuladas (*benchmarks*) com as quais verificou-se a recuperação dos valores impostos as imagens no processo de análise. Na aplicação do algoritmo em imagens de MEV de rochas, o algoritmo convergiu aproximadamente 3 vezes mais rapidamente quando utilizados os pontos iniciais pré-processados e a soma da diferença entre os centroides e seus membros na primeira iteração sofreu uma redução de aproximadamente 20 vezes, diminuindo consideravelmente o esforço computacional.

As informações geradas pelo algoritmo de estimativa de tons de cinza poderão ser adaptadas para serem utilizadas na identificação das fases de uma amostra, desde que a composição química das possíveis fases do material analisado sejam conhecidas a priori. Já com a utilização do algoritmo de segmentação de imagens, pode-se identificar, quantificar e observar a distribuição espacial das fases de uma amostra mineral. Dentre aplicações práticas específicas que podem ser beneficiadas com a combinação destes dois algoritmos podem-se citar as seguintes áreas:

- Cimentícia: o estudo microscópico do clínquer, principal componente do cimento, fornece informações que permitem avaliar e reconstituir as principais etapas do processo de fabricação, assim como a adoção de ajustes necessários a obtenção de um produto de qualidade com custo otimizado.

- Petrográfica: auxiliando na escolha dos agregados graúdos do concreto, onde a utilização de certas rochas são determinantes pra minimizar a Reação Álcali-agregado (*RAA*), uma patologia que afeta a durabilidade do concreto através da degradação química.

Também foram incorporados indicadores de dispersão de partículas (entropia e coocorrência), os quais geram informações, como homogeneidade, energia e entropia. Os dados gerados foram visualizados através de gráficos 2D e 3D e podem ser utilizados para observar a relação destes com as propriedades dos materiais.

Os algoritmos de matriz de coocorrência e entropia também encontram aplicações práticas na área de petrografia, onde as informações presentes nos gráficos 2D e 3D de ambos os descritores de textura poderiam servir como dados de entrada em algoritmos de aprendizado de máquina (*deep learning*), encontrando padrões para auxiliar na detecção de patologias do concreto, como a Reação Álcali-agregado(*RAA*).

A identificação e separação das fases minerais através de imagens do *MEV* podem ser utilizados em diversos setores do mercado, obtendo-se ganho financeiro devido a rapidez e qualidade da análise, além da dispensa de compra de onerosos equipamentos detectores de Energia Dispersiva (*EDS*).

As ferramentas desenvolvidas mostraram-se promissoras, tendo sido possível verificar sua eficácia na determinação das fases e suas distribuições. Por fim, o estudo permitiu ainda identificar possíveis *gaps* para trabalhos futuros a serem analisados e desenvolvidos. São eles:

- Automatização dos centroides utilizados como pontos iniciais do algoritmo *ZK-Means*, através dos dados disponíveis com a rotina de estimativa de tons de cinza.
- Aprimoramento do algoritmo, com o objetivo de automatizar a estimativa dos tons de cinza levando em consideração outras calibrações do Microscópio Eletrônico de Varredura, como abertura e distância de trabalho.
- Realizar um estudo de caso utilizando os métodos de análise de textura, valendo-se de uma matriz coocorrência e da entropia, associando os descritores de textura apresentado por estes às propriedades de um material, em especial, a correlação destes a ensaios expansivos e de detecção de *RAA* com o intuito de identificar padrões que ajudem nos diagnósticos.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, B. L. d. B. *Processamento de Imagem de Microscópio para Análise de Biópsia*. 67 p. Tese (Doutorado) — Universidade Nova de Lisboa, 2017. Citado 3 vezes nas páginas 25, 30 e 52.
- ASSIRATI, L. *Entropia aplicada ao reconhecimento de padrões em imagens*. 122 p. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2014. Citado 2 vezes nas páginas 56 e 57.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT 6118 -Projeto de estruturas de concreto -procedimento*. Rio de Janeiro, 2003. 221 p. Citado na página 46.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT 7221 - Agregados para concreto - Especificações*. Rio de Janeiro, 2005. 11 p. Citado na página 47.
- BARRAH, H.; CHERKAoui, A.; SARSRI, D. Robust FCM Algorithm with Local and Gray Information for Image Segmentation. *Advances in Fuzzy Systems*, v. 2016, 2016. ISSN 1687711X. Citado 3 vezes nas páginas 31, 55 e 56.
- BERTOLINO, L. C.; PALERMO, N.; BERTOLINO, A. V. F. A. Geologia. In: *Manual de Agregados para Construção*. 2^a. ed. [S.l.: s.n.], 2012. v. 53, cap. 4, p. 67–79. ISBN 9788578110796. Citado 4 vezes nas páginas 48, 49, 51 e 52.
- BULLARD, J. W. et al. Advancing the Materials Science of Concrete with Supercomputers. *Concr. Intl.*, n. january, p. 24–29, 2011. Citado 4 vezes nas páginas 16, 45, 51 e 52.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach*. 8^a. ed. [S.l.]: John Wiley & Sons, Inc., 2010. 910 p. ISBN 978-1-118-06160-2. Citado 2 vezes nas páginas 44 e 53.
- CAMPBELL, D. H. *Microscopical Examination and Interpretation of Portland Cement and Clinker*. 2nd. ed. Skokie, USA: Portland Cement Association, 1999. ISBN 0893120847. Citado 2 vezes nas páginas 52 e 53.
- CARVALHO, A. C. P. d. L. F. de. *Redes Neurais Artificiais*. 2021. Disponível em: <https://sites.icmc.usp.br/andre/research/neural/#intro>. Citado 2 vezes nas páginas 37 e 38.
- COSTA, R. V. G. D. *Avaliação Micromecânica de Agregados Graúdos Sujeitos à Reação álcali Agregado - RAA*. 1–85 p. Tese (Doutorado) — UFPB, 2019. Citado 5 vezes nas páginas 17, 47, 49, 52 e 59.
- DATA SCIENCE ACADEMY. *Deep Learning Book*. [s.n.], 2021. Disponível em: <https://www.deeplearningbook.com.br>. Citado na página 37.
- DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. *Microscopia Eletrônica de Varredura - Aplicações e preparação de amostras*. [S.l.]: ediPUCRS, 2007. 60 p. ISSN 1098-6596. ISBN 978-85-7430-702-2. Citado 3 vezes nas páginas 39, 40 e 53.

- DIETTERICH, T. et al. *Introduction to Machine Learning Second Edition Adaptive Computation and Machine Learning*. 2^a. ed. London, England: [s.n.], 2010. ISBN 978-0-262-01243-0. Citado 2 vezes nas páginas 54 e 56.
- DUARTE, L. d. C. et al. Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS) no Estudo de Gemas: exemplos brasileiros. *Pesquisas em Geociências*, v. 30, n. 2, p. 3–15, 2003. Citado na página 39.
- GARBOCZI, E. J.; BENTZ, D. P.; MARTYS, N. S. 1. *Digital Images and Computer Modeling*. [S.l.: s.n.], 1999. v. 35. 1–41 p. ISSN 10794042. ISBN 1079-4042. Citado 2 vezes nas páginas 54 e 56.
- GOBBO, L. d. A. *Os Compostos do Clínquer Portland: Sua Caracterização por Difração de Raios-X e Quantificação por Refinamento de Rietveld*. 119 p. Dissertação (Mestrado) — Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 2003. Citado 3 vezes nas páginas 45, 51 e 52.
- GOLDSTEIN, J. *Microscopy and Scanning Electron Microscopy and A Text for Biologists*, . [S.l.: s.n.], 1992. 21–363 p. ISSN 1421-9697. ISBN 9781461304913. Citado 5 vezes nas páginas 41, 42, 43, 52 e 53.
- GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. *Digital image processing*. 3^a. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2010. 625 p. ISBN 9788581435862. Citado 4 vezes nas páginas 21, 25, 54 e 56.
- HAFNER, B. Scanning Electron Microscopy Primer. *Characterization Facility*, University of Minnesota - Twin Cities, p. 1–29, 2007. Citado na página 39.
- HARALICK, R. M.; SHANMUGAM, K.; DINSTEN, I. Textural features for image classification. *IEEE Transactions on Systems, Man and Cybernetics*, USA, SMC-3, No. 6, p. 610–621, 1973. Citado 3 vezes nas páginas 35, 36 e 56.
- HITACHI. *Hitachi S-4700 SEM Training & Reference Guide*. 2007. 24 p. Citado na página 40.
- KÖRBES, A. *Análise de Algoritmos da Transformada Watershed*. 152 p. Tese (Doutorado) — Universidade Estadual de Campinas, 2010. Citado 3 vezes nas páginas 33, 55 e 56.
- LAPIX - Image Processing and Computer Graphics Lab. *Clipping (Recorte)*. 2021. <http://www.lapix.ufsc.br/ensino/computacao-grafica/clipping-recorte/>. Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC – Florianópolis – SC – Brazil. Acessado: 28 Abr 2021,. Citado na página 25.
- LEVY, S. L. *Contribuição ao estudo da durabilidade de concretos, produzidos com resíduos de concreto e alvenaria*. 208 p. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2001. Citado na página 47.
- LUZ, A. B. da; ALMEIDA, S. L. M. de. *Manual de Agregados para a Construção Civil*. 2^a. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2012. 432 p. ISBN 9788561121921. Citado na página 47.
- MANNING, C. D.; HINRICH, P. R.; SCHÜTZE, H. *Introduction to Modern Information Retrieval (2nd edition)*. Cambridge, England: Cambridge University Press, 2009. 544 p. ISSN 00242535. Citado na página 32.

- MARQUES FILHO, O.; VIEIRA NETO, H. *Processamento Digital de Imagens*. Rio de Janeiro: [s.n.], 1999. ISBN 8574520098. Citado 6 vezes nas páginas 24, 28, 29, 30, 54 e 56.
- MATTOS, R. S. de; VEIGA, Á. Otimização de entropia: implementação computacional dos princípios MaxEnt e MinxEnt. *Pesquisa Operacional*, v. 22, n. 1, p. 37–59, 2002. ISSN 0101-7438. Citado 2 vezes nas páginas 56 e 57.
- MCCULLOCH, W. S.; PITTS, W. A logical calculus of the ideas immanent in nervous activity. *The bulletin of mathematical biophysics*, v. 5, n. 4, p. 115–133, Dec 1943. ISSN 1522-9602. Citado 3 vezes nas páginas 37, 53 e 56.
- MEDEIROS, M. H. F.; ANDRADE, J. J. d. O.; HELENE, P. Durabilidade e Vida Útil das Estruturas de Concreto. In: ISAIA, G. C. (Ed.). *Concreto: ciência e tecnologia*. [S.l.: s.n.], 2011. v. 1, p. 773–808. Citado na página 46.
- MEHTA, P.; MONTEIRO, P. *Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais*. [S.l.: s.n.], 2014. ISBN 978-85-98576-21-3. Citado 4 vezes nas páginas 45, 46, 51 e 52.
- MELONI, R. B. d. S. *Classificação de Imagens de Sensoriamento Remoto usando SVM*. 64 p. Tese (Doutorado) — Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2009. Citado na página 21.
- MIRANDA, P. A. V. The image foresting transform. Notas de aula. 2010. Citado na página 33.
- MOREIRA, A. de S. *Trabalho de Imagem*. 2020. Disponível em: <http://www.inf.puc-rio.br/~asouza/FCG/imagem.html#introducao>. Citado na página 21.
- MOURET, M.; RINGOT, E.; BASCOUL, A. Image analysis: A tool for the characterisation of hydration of cement in concrete - Metrological aspects of magnification on measurement. *Cement and Concrete Composites*, v. 23, n. 2-3, p. 201–206, 2001. ISSN 09589465. Citado 3 vezes nas páginas 52, 53 e 61.
- MUELLER, J. P. *Aprendizado profundo para leigos*. 1ª. ed. [S.l.]: Editora Alta Books, 2020. Citado na página 36.
- PALMIERE, S. E. *Arquiteturas e Topologias de Redes Neurais Artificiais*. 2016. Disponível em: <https://www.embarcados.com.br/redes-neurais-artificiais/>. Citado 2 vezes nas páginas 37 e 38.
- PEREIRA, F. M. et al. Assesment of the potential reactivity of rocks used as aggregates in civil construction in the Rio Grande do Sul state. *Revista Materia*, v. 23, n. 3, 2018. ISSN 15177076. Citado na página 17.
- PERFORMANCE STANDARDS IN BUILDIN. *ISO 6241 - Principles for their preparation and factors to be considered*. [S.l.], 1984. 10 p. Citado na página 46.
- POOLE, A. B. Introduction to alkali-aggregate reaction in concrete. In: . (Ed.). *The alkali-silica reaction in concrete*. New York: R.N. Swamy, 1992. Citado 3 vezes nas páginas 49, 51 e 52.
- QUEIROGA, E. V. Abordagens meta-heurísticas para clusterização de dados e segmentação de imagens. *Dissertação de Mestrado*, UFPB, João Pessoa, PB, 2017. Citado 2 vezes nas páginas 55 e 56.

- RAJABIPOUR, F. et al. Cement and Concrete Research Alkali – silica reaction : Current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps. *Cement and Concrete Research*, Elsevier Ltd, v. 76, p. 130–146, 2015. ISSN 0008-8846. Citado 3 vezes nas páginas 50, 51 e 52.
- REUTER, W. In: SHINODA, G.; KOHRA, K.; ICHINOKAWA, T. (Ed.). *In Proc. 6th IntI. Conf. X-Ray Optics and Microanalysis*. Univ. Tokyo Press, Tokyo: [s.n.], 1972. p. 121. Citado na página 42.
- SANKUR, B.; SEZGIN, M. Image thresholding techniques: A survey over categories. *Pattern Recognition*, p. 1–35, 2001. Citado 3 vezes nas páginas 30, 54 e 56.
- SANTOS, G. B. et al. Resultados iniciais de protótipo para análise de imagens MEV na caracterização de materiais de construção contendo RPT. 2014. Citado 2 vezes nas páginas 55 e 56.
- SHANNON, C. E. A Mathematical Theory of Communication. *Bell System Technical Journal*, v. 27, n. 4, p. 623–656, 1948. ISSN 15387305. Citado 3 vezes nas páginas 34, 56 e 57.
- SILVA, B. S. da. Detecção Automática de Células via Técnicas de Morfologia Matemática e Processamento Digital de Imagens. 2015. Citado na página 33.
- SILVA, I. N. da; SPATTI, D. H.; FLAUZINO, R. A. *Redes Neurais Artificiais para Engenharia e Ciências Aplicadas*. 2^a. ed. São Paulo: Altliber, 2019. Citado 3 vezes nas páginas 39, 55 e 56.
- SOUSA, A. R. R. D. *Implementação da Técnica de Speckle Dinâmico na Caracterização de Materiais Particulados Reativos*. 64 p. Tese (Doutorado) — Universidade Federal da Paraíba, 2016. Citado na página 57.
- STUTZMAN, P. Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure. *Cement and Concrete Composites*, v. 26, n. 8, p. 957–966, 2004. ISSN 09589465. Citado 3 vezes nas páginas 17, 44 e 53.
- STUTZMAN, P. E.; FENG, P.; BULLARD, J. W. Phase Analysis of Portland Cement by Combined Quantitative X-Ray Powder Diffraction and Scanning Electron Microscopy. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, v. 121, p. 47, 2016. Citado na página 53.
- WONG, H. S.; HEAD, M. K.; BUENFELD, N. R. Pore segmentation of cement-based materials from backscattered electron images. *Cement and Concrete Research*, v. 36, n. 6, p. 1083–1090, 2006. ISSN 00088846. Citado 2 vezes nas páginas 54 e 56.
- WU, Q.; MERCHANT, F. A.; CASTLEMAN, K. R. *Microscope Image Processing*. 1. ed. USA: Elsevier Inc., 2008. ISBN 9780123725783. Citado 4 vezes nas páginas 22, 23, 54 e 56.
- ZHENG, J.; HRYCIW, R. D. Traditional soil particle sphericity, roundness and surface roughness by computational geometry. *Géotechnique*, v. 65, n. 6, p. 494–506, 2015. ISSN 0016-8505. Citado 2 vezes nas páginas 56 e 57.

ZUPANIČ, F.; BONČINA, T.; MARKOLI, B. Use of electron backscattering coefficients for identification of Be-bearing phases. *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education*, p. 1824–1829, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 56 e 57.