



Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Determinação de tamanho de grão por microscopia óptica e análise de imagens
Bolsista: Marcus Vinicius Portela
Orientador(a): Christian Frederico de Ávila Von Dollinger
Período a que se refere o relatório: Fevereiro de 2018 a Julho de 2018

Resumo

O presente estudo tem por finalidade desenvolver habilidades de preparação de amostras, aquisição de imagens e, posteriormente, analisar a microestrutura de materiais, visando obter o tamanho de grão, utilizando software de domínio público confrontando com outro software, normatizado pela ASTM E 112 e ASTM E 1382. Os resultados obtidos foram: tamanho de grão ASTM 5,0 (ImageJ) e ASTM 4,3 (AxioVision). Os resultados foram equivalentes, considerando-se os desvios dos métodos. Assim, a análise com o ImageJ se mostrou adequada para fornecer resultados confiáveis na determinação do tamanho de grão em um material. Esse resultado é importante, pois o ImageJ é um software de domínio público a determinação do tamanho de grão poderá impactar positivamente o meio acadêmico.

1. Introdução

A caracterização microestrutural de um material está intimamente relacionada com as propriedades do mesmo. Os materiais metálicos são predominantemente cristalinos e na caracterização da microestrutura interessa determinar fases presentes e tamanho de grão.

Uma caracterização microestrutural desejável envolve a determinação da quantidade, tamanho, forma e distribuição dos grãos. Além disso, a orientação preferencial dos grãos (textura e microtextura) e a diferença de orientação entre eles também tem estreita relação com as propriedades dos materiais. A quantidade, tamanho, morfologia e distribuição dos grãos podem ser analisadas com auxílio de microscopia óptica (MO). [1]

A figura 1 sintetiza as tabelas de comparação de tamanho de grão através da norma EURONORM 103-71. Esta foi escolhida por ampliar o entendimento inicial da ASTM E112 e E 1384 para outros aumentos que não somente 100x. [2]

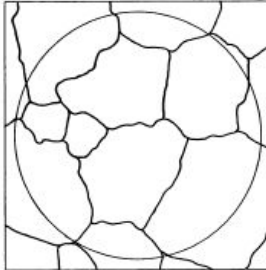
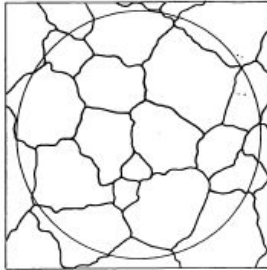
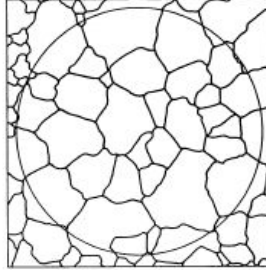
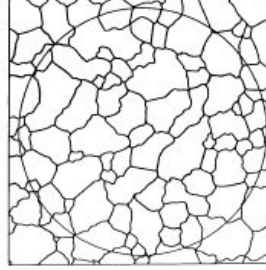
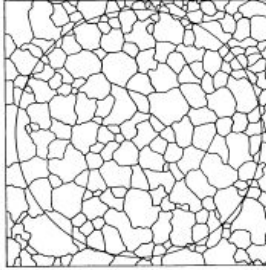
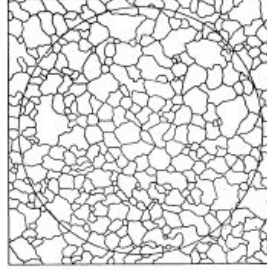
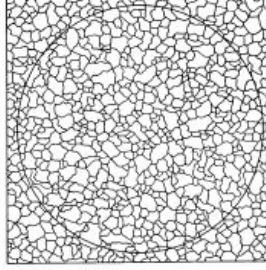
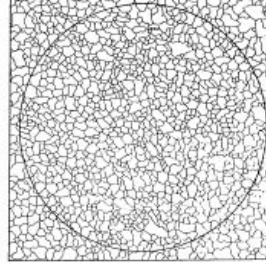
PRODUITS SIDERURGQUES DETERMINATION DE LA GROSSEUR DU GRAIN – IMAGES-TYPES (Planche B)				Annexe à l'EURONORM 103 – 71																																																
<p>Image-type n I</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>-3</td><td>-1</td><td>1</td><td>3</td><td>5</td><td>7</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	-3	-1	1	3	5	7	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n II</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>-2</td><td>0</td><td>2</td><td>4</td><td>6</td><td>8</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	-2	0	2	4	6	8	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n III</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>-1</td><td>1</td><td>3</td><td>5</td><td>7</td><td>9</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	-1	1	3	5	7	9	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n IV</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>0</td><td>2</td><td>4</td><td>6</td><td>8</td><td>10</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	0	2	4	6	8	10	25	50	100	200	400	800	
-3	-1	1	3	5	7																																															
25	50	100	200	400	800																																															
-2	0	2	4	6	8																																															
25	50	100	200	400	800																																															
-1	1	3	5	7	9																																															
25	50	100	200	400	800																																															
0	2	4	6	8	10																																															
25	50	100	200	400	800																																															
<p>Image-type n V</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>1</td><td>3</td><td>5</td><td>7</td><td>9</td><td>11</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	1	3	5	7	9	11	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n VI</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>2</td><td>4</td><td>6</td><td>8</td><td>10</td><td>12</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	2	4	6	8	10	12	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n VII</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>3</td><td>5</td><td>7</td><td>9</td><td>11</td><td>13</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	3	5	7	9	11	13	25	50	100	200	400	800	<p>Image-type n VIII</p>  <p>Indice de grain pour un grossissement de</p> <table border="1"> <tr><td>4</td><td>6</td><td>8</td><td>10</td><td>12</td><td>14</td></tr> <tr><td>25</td><td>50</td><td>100</td><td>200</td><td>400</td><td>800</td></tr> </table>	4	6	8	10	12	14	25	50	100	200	400	800	
1	3	5	7	9	11																																															
25	50	100	200	400	800																																															
2	4	6	8	10	12																																															
25	50	100	200	400	800																																															
3	5	7	9	11	13																																															
25	50	100	200	400	800																																															
4	6	8	10	12	14																																															
25	50	100	200	400	800																																															
<p>NOTA Dans le cas du grossissement 100, l'indice conventionnel G de grosseur du grain est égal au n° de l'image-type.</p>				<p>Dans le cas d'un grossissement différent de 100, l'indice est différent. Le tableau placé au bas de chaque image-type donne la correspondance entre l'indice de grosseur du grain et les principales valeurs du grossissement.</p>																																																

Figura 1 Padrões para determinação de tamanho de grão em vários aumentos por comparação visual, segundo a norma *Détermination micrographique de la grosseur du grain*

Determinação do tamanho de grão pelo método ASTM E 112 e ASTM E 1382

O tamanho dos grãos tem um efeito significativo nas propriedades dos metais, como resistência e ductilidade.

De um modo geral, à temperatura ambiente, à medida que o tamanho de grão de um metal diminui, a resistência desse metal aumenta e a sua ductilidade diminui.

Um processo de preparação metalúrgica detalhado é necessário para expor e examinar a estrutura de grãos de um metal, incluindo embutimento, lixamento, polimento e ataque químico da amostra.

Após o processo de preparação metalográfica da amostra a microscopia óptica é utilizada para examinar a microestrutura em várias ampliações e adquirir para a determinação do tamanho de grão, conforme figura 2. [3]

2. Materiais e Métodos

Material: Pastilha de Ti puro hidrogenado e sinterizado à 1200° C por 1h, produzida por metalurgia do pó.

Método: Material foi preparado conforme procedimento metalográfico convencional, preconizado pela norma ASTM E3, envolvendo corte, embutimento, lixamento, polimento, ataque químico (reagente Kroll) e observação em microscópio ótico.

3. Resultados

A figura 2 apresenta um aspecto típico da microestrutura da amostra de Titânio, observada com microscopia óptica de luz polarizada. Observaram-se claramente os grãos no material. As diferentes colorações são explicadas pela diferença de orientação cristalográfica dos grãos e pela interação da luz polarizada.

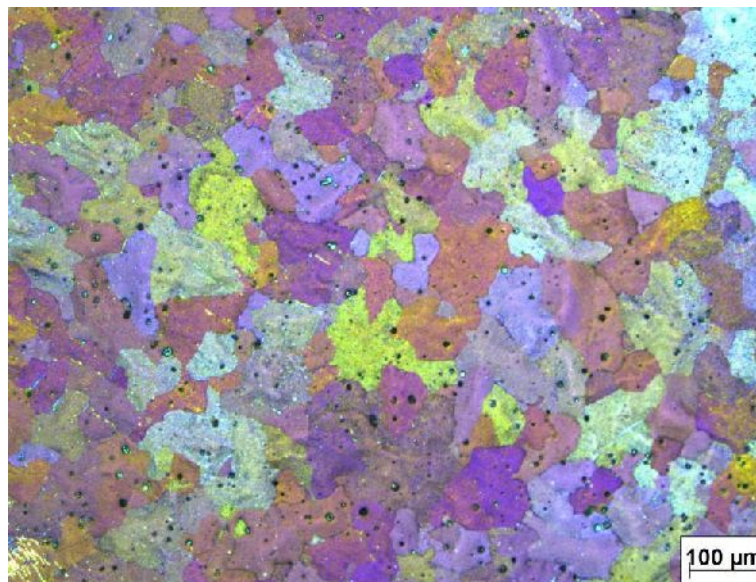


Figura 2 Aspecto microestrutural da amostra Ti.

Comparando-se com a figura , pelo método comparativo,

pode-se dizer que o tamanho de grão está próximo do ASTM 4 (ASTM E 112).

Utilizando-se o software AxioImager, foi sobreposto na figura o padrão ASTM de cordas combinadas para determinação do tamanho de grão pelo método do intercepto, conforme mostrado na figura 3. Foi utilizada neste trabalho a norma ASTM E1382 *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis*. Já implementada no software AxioVision. [4] [5]

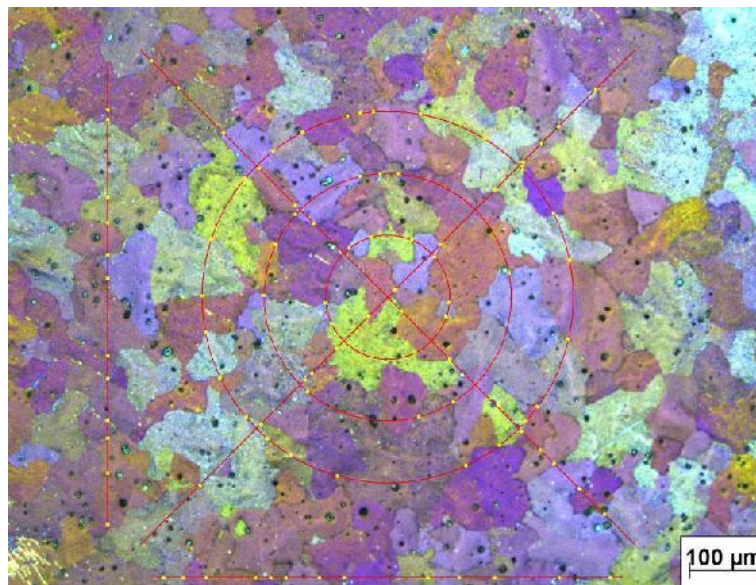


Figura 3 Indicação de interceptos manual no AxioVision

O tamanho de grão determinado de acordo com o a norm ASTM E1382 foi ASTM 4,3.

Determinação do tamanho de grão pelo software ImageJ

Para utilização do software ImageJ no tratamento de imagens, foi utilizada a seguinte sequência: Calibração da escala linear da imagem (razão pixel/micron); conversão para 8 bits (256 tons de cinza); Threshold; Análise Particles. O ImageJ retorna parâmetros como o diâmetro de Feret e Área dos grãos analisados. O diâmetro de Feret é o comprimento máximo da corda em um determinado grão.

A imagem convertida em 8 bits, à título de exemplo, é apresentada na figura 4.

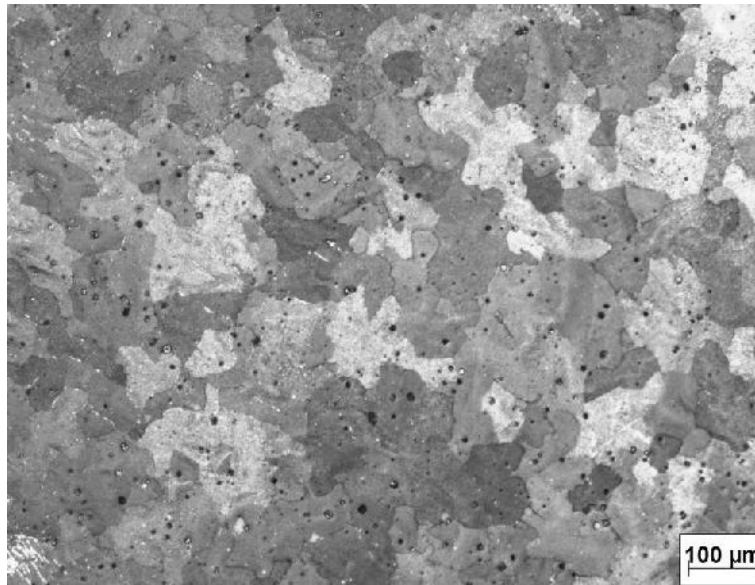


Figura 4 – Mesma imagem da figura 2, convertida em 8 bits

Na figura 4 pode-se notar que os contornos de grão não ficaram nítidos. Também observa-se pontos escuros (poros) no interior dos grãos. Essas características impediram a discretização (separação) dos grãos pela ferramenta Threshold.

Para contornar essa dificuldade, os contornos de grão foram delineados manualmente com um software de tratamento de imagem (MSPaint), conforme observado na figura 5A, posteriormente a imagem foi processada com o ImageJ de modo a se obter os grãos separados. A sequência de processamento foi: D

delineamento, conversão em 8 bits (figura 5B), Dilate (consiste em reforçar as bordas, conforme figura 5C), Threshold, Invert (conforme figura 5D), Analyze particles. A média das áreas dos grãos calculada foi $4022 \mu\text{m}^2$. Utilizando-se a tabela 2 na norma ASTM E 1382:2015. Esse valor corresponde a um tamanho de grão 5.

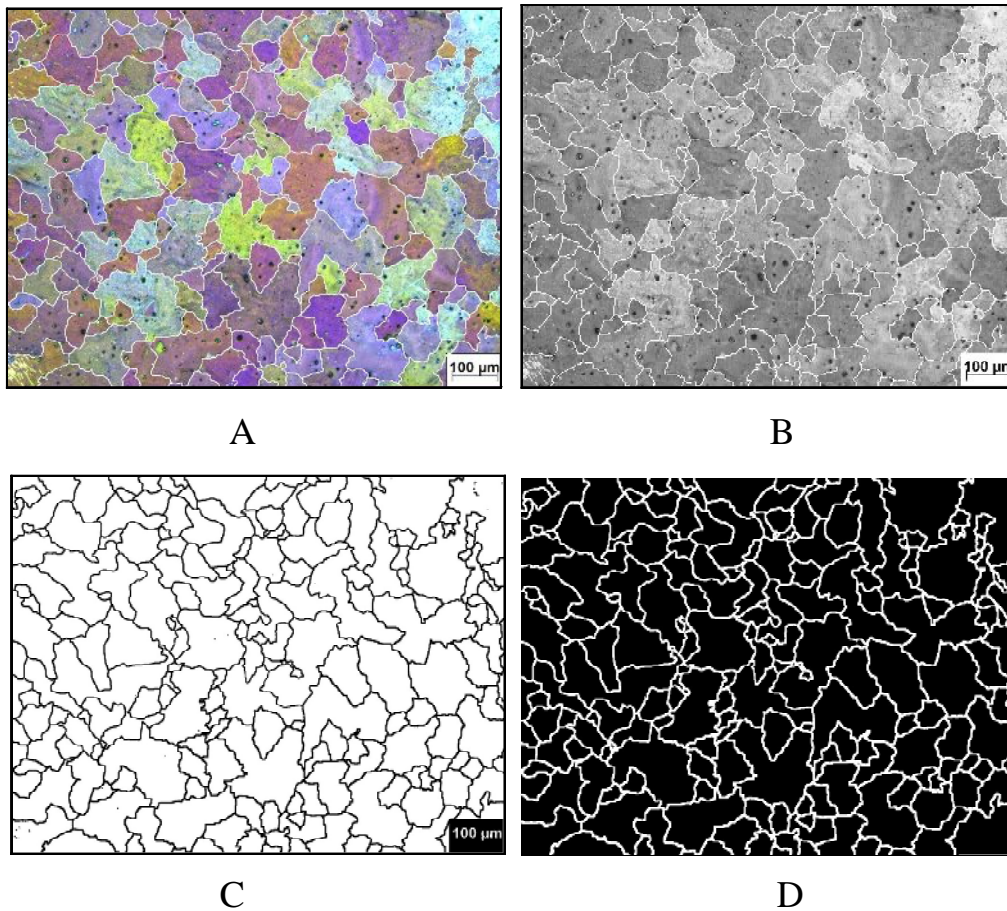


Figura 5 Sequência de tratamento de imagem para determinação de tamanho de grão, utilizando-se ImageJ: A- imagem original com contornos delineados; B- Imagem convertida em 8 bits; C- Threshold e Dilate(2x); D- Invert

4. Próximas Etapas

Será submetido novo projeto de pesquisa ao PIBIC/IAE dando continuidade ao presente estudo. Nesse primeiro ano foi demonstrado que tanto a porcentagem de fases quanto o tamanho de grão são passíveis de ser determinados pelo software ImageJ. Numa próxima etapa será ampliado o estudo e base amostral, para validar estatisticamente os métodos.



5. Conclusões

Os resultados obtidos para tamanho de grão, utilizando software de domínio público ImageJ, e o software proprietário ZEISS AxioVision, que atende os requisitos ASTM E1245, foram equivalentes, considerando-se os desvios. Uma melhor correspondência provavelmente será obtida com um número maior de campos. Assim, a análise com o ImageJ se mostrou adequada para fornecer resultados confiáveis na determinação da porcentagem de segunda fase em um material.

6. Divulgação dos Resultados

Os resultados desta etapa serão apresentados no INIC-IAE.

Referências

- [1] CALLISTER JR., W. D. **Materials science and engineering**: an introduction. 9. ed. New York: J. Wiley & Sons, 2014.
- [2] EURONORM 103-71, Détermination micrographique de la grosseur du grain, 1971.
- [3] Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein Microscopia e Caracterização de Estruturas: “Processamento Digital de Imagens” Notas de aula, UNESP Guaratinguetá
- [4] The Image Processing Handbook (John C.Russ, 6e, 2011)
- [5] Axiovision 4.8.2 user’s guide . disponível para download em:
<https://www.scribd.com/document/255831378/AxioVision-Users-Guide>
- [6] Schneider, C. A.; Rasband, W. S. & Eliceiri, K. W. (2012), "NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis", Nature methods 9(7): 671-675, PMID 22930834 (on Google Scholar).